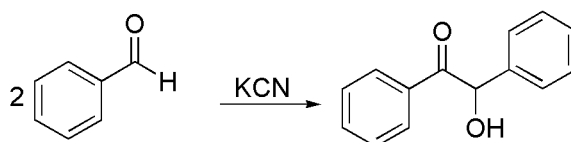


FENYTOINA – synteza 3 etapowa

5,5-difenylo-2,4-imidazolidynodion

5,5-difenylohydantoina

Etap 1. Synteza benzoiny**Odczynniki**5,0 g (0,047 mola) benzaldehydu ($d = 1,04 \text{ g/cm}^3$)

0,5 g (0,007 mola) cyjanku potasu

5,0 ml wody

6,0 ml etanolu

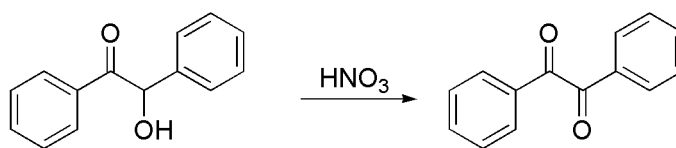
q.s. etanol do krystalizacji

Wykonanie preparatu:

W kolbce okrągłodennej o pojemności 50 (100) ml przygotowuje się roztwór benzaldehydu w 6 ml etanolu, po czym dodaje się wodny roztwór cyjanku potasu i ogrzewa do wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez 1 h. Po oziębieniu odsącza się wydzieloną benzoinę, przemywa na lejku niewielką ilością zimnej wody. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu. Wydajność: 80-92%.

Właściwości

Bezbarwne lub kremowe kryształy o t.t. 130-134 °C, rozpuszczalne w pirydynie, acetonie na gorąco w etanolu, nierozpuszczalne w wodzie i eterze.

Etap 2. Synteza benzilu**Odczynniki:**

4,2 g (0,020 mola) benzoiny

9,2 g (0,054 mola) kwasu azotowego; $d = 1,35 \text{ g/cm}^3$

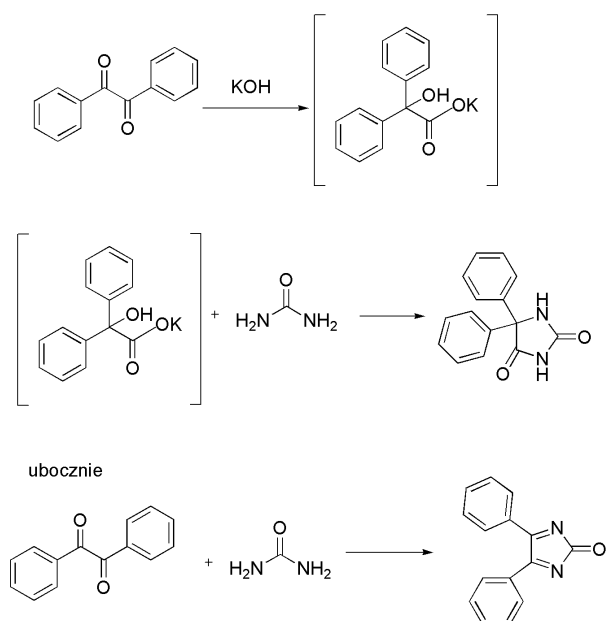
q.s. metanolu do krystalizacji

Wykonanie

W kolbce okrągłodennej o pojemności 100 ml ogrzewa się reagenty pod chłodnicą zwrotną z odprowadzeniem wydzielających się par do wentylacji na łaźni wodnej przez 2-3 h od czasu do czasu wstrząsając. Następnie zawartość kolbki wlewa się do zlewki ze 100 ml wody, odsąca żółtą, krystaliczną substancję i przemywa na lejku wodą. Po wysuszeniu krystalizuje się z metanolu. Wydajność: 76-86%

Właściwości

Żółte kryształy o t.t $95-95^\circ\text{C}$, nierozpuszczalne w wodzie, łatwo rozpuszczalne w etanolu, chloroformie, benzenie czy toluenie.

Etap 3. Synteza 5,5-difenylo-2,4,-imidazolidynodionu (5,5-difenylohydantoiny)**Odczynniki**

| | | |
|----------|---------------|-------------------------|
| 2,5 g | (0,012 mola) | benzilu |
| 1,2 g | (0,019 mola) | mocznika |
| 1,0 g | (0,0178 mola) | wodorotlenku potasu |
| 20,0 ml | | wody |
| 40,0 ml | | etanolu |
| q.s. | | etanol do krystalizacji |
| 150,0 ml | | wody z lodem |

Wykonanie:

Do kolby okrągłodennej o pojemności 250 ml dodaje się benzil, mocznik, rozpuszczony w wodzie wodorotlenek potasu oraz etanol. Całość ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez 2h. Następnie wlewa do 150 ml wody z lodem i odsącza wydzielony produkt uboczny. Przesącz zakwasza się stężonym kwasem solnym i odsącza wydzielony produkt. Po wysuszeniu osad krystalizuje się z etanolu. Wydajność ok 67%.

TLC

heksan : dioksan (5 : 2)



Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 286-292⁰C, nierozpuszczalne w wodzie, trudno rozpuszczalne w etanolu, acetonie. Rozpuszcza się w roztworach zasad z utworzeniem soli.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNEJ


1. Benzaldehyd

CAS: 100-52-7
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwny do jasnożółty
Zapach: gorzkich migdałów

| | |
|--------------------------|--|
| Symbol |  GHS07 |
| hasło ostrzegawcze | niebezpieczeństwo |
| rodzaj zagrożenia | H302 - Działa szkodliwie po połknięciu. H227 - Palna ciecz. H312 - Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą. H315 - Działa drażniąco na skórę |
| środki ostrożności |  Szkodliwy Unikać zanieczyszczenia skóry i oczu. Unikać wdychania par |
| sprzęt ochrony osobistej | Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki |

2. Benzil

CAS: 134-81-6
Postać: ciało stałe,
Barwa: jasnożółty, ciemnożółty
Zapach: charakterystyczny

| | |
|--------------------------|--|
| Symbol |  GHS07 |
| hasło ostrzegawcze | niebezpieczeństwo |
| rodzaj zagrożenia | H315 -Działa drażniąco na skórę. H319 -Działa drażniąco na oczy. |
| środki ostrożności | 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. |
| sprzęt ochrony osobistej | Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki |


3. Cyjanek potasu

CAS: 151-50-8
Postać: ciało stałe
Barwa: biały
Zapach: charakterystyczny (łagodny)

| | |
|--------------------------|--|
| Symbol |  GHS06 GHS08 GHS09 |
| hasło ostrzegawcze | niebezpieczeństwo |
| rodzaj zagrożenia | H290 - Może powodować korozję metali. H300 - Połknięcie grozi śmiercią. H310 - Grozi śmiercią w kontakcie ze skórą. H330 - Wdychanie grozi śmiercią. H400 - Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne. H410 - Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki |
| środki ostrożności |  niebezpieczny dla środowiska  bardzo toksyczny W kontakcie z kwasami uwalnia bardzo toksyczne gazy |
| sprzęt ochrony osobistej | Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki |

4. 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/ iskrzenia/ 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 |

5. Kwas azotowy (V)

CAS: 108-24-7
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna lub jasnożółta
Zapach: charakterystyczny, intensywny

| | |
|--------------------------|---|
| Symbol | GHS03, GHS05 |
| hasło ostrzegawcze | niebezpieczeństwo |
| rodzaj zagrożenia | H272 - Może intensyfikować pożar; utleniacz H290 - Może powodować korozję metali H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu |
| środki ostrożności | P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. Palenie wzbronione P220 - Trzymać/ Przechowywać z dala od odzieży i materiałów zapalnych P260 - Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy 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 środka gaśniczego, właściwego do otaczającego ognia. |
| sprzęt ochrony osobistej | Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki |

6. Metanol

CAS: 67-56-1
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: gryzący

| | |
|--------------------|---|
| Symbol | GHS02, GHS07, GHS08 |
| hasło ostrzegawcze | niebezpieczeństwo |
| rodzaj zagrożenia | H225 - Wysoce łatwopalna ciecz i pary. H301 + H311 + H331 - Działa toksycznie po połknięciu, w kontakcie ze skórą w następstwie wdychania H332 powoduje uszkodzenie narządów |
| środki ostrożności | P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione P260 - Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy. |

| | |
|--------------------------|--|
| | <p>P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy</p> <p>P301+P310 - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.</p> <p>P311 - Skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem</p> |
| sprzęt ochrony osobistej | Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki |

7. Mocznik

CAS: 57-13-6
Postać: ciało stałe (proszek)
Barwa: biały
Zapach: charakterystyczny

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

8. Wodorotlenek potasu

CAS: 1310-58-3
Postać: ciało stałe
Barwa: biały, bezbarwny
Zapach: bezwonny

| | |
|--------------------------|---|
| Symbol | <p>GHS05, GHS07</p> |
| hasło ostrzegawcze | niebezpieczeństwo |
| niebezpieczeństwo | <p>H290 - Może powodować korozję metali.</p> <p>H302 - Działa szkodliwie po połknięciu</p> <p>H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu</p> |
| środki ostrożności | <p>P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy</p> <p>P301+P330+P331 - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów.</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>P307+P310 - W przypadku narażenia lub styczości natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem</p> |
| sprzęt ochrony osobistej | Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki |