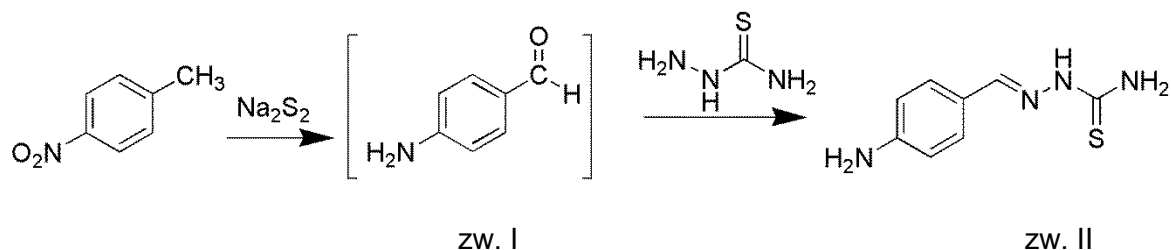


TIOACETAZON – synteza 2 etapowa

N-{4-[[[(Aminotiooksometylo)-hydrazone]-metylo]-fenylo]-acetamid

Etap 1. Synteza N-{4-[[[(aminotiooksometylo)-hydrazone]-metylo]fenylo]-aminy**Odczynniki**

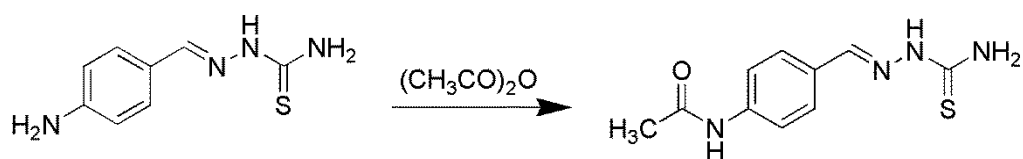
- 2,5 g (0,018 mola) 4-nitrotoluenu
- 2,5 g (0,062 mola) wodorotlenku sodu
- 1,2 g (0,0037 mola) siarki
- 1,0 g (0,011 mola) tiosemikarbazydu
- 12,0 ml etanolu

Wykonanie preparatu:

W kolbce okrągłodennej o pojemności 50 ml sporządza się roztwór wodorotlenku sodu w 15 ml wody, po czym dodaje się siarkę i całość ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną na kuchence elektrycznej, aż do uzyskania klarownego roztworu (1-1.5h).

Oddzielnie przygotowuje się roztwór 4-nitrotoluenu w etanolu, który dodaje się do kolbki z klarownym roztworem i całość ponownie ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną przez 2h.

Po zakończeniu reakcji należy ochłodzić zawartość kolbki do temperatury pokojowej i przenieść mieszaninę reakcyjną do rozdzielacza. Po oddzieleniu dolnej warstwy pozostałość dodaje się do wcześniej przygotowanego, w kolbce okrągłodennej o pojemności 50 ml, roztworu tiosemikarbazydu w 10 ml wody o temperaturze 80°C. Całość ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną do zagotowania, dodaje się węgla aktywnego i po ponownym ogrzaniu mieszaniny reakcyjnej sączy na sączku karbowanym. Z przesączu po oziębieniu wytrąca się osad, który po odsączeniu na lejku Buchnera i przemyciu wodą, wykazuje t.t. 190-193°C. Wydajność: 72%.

Etap. 2 Synteza N-{4-[[[(aminotiooksometylo)-hydrazone]-metylo]fenylo]-acetamidu

zw. II

Odczynniki

1,0 g (0,004 mola) N-{4-[[[(aminotiooksometylo)-hydrazone]-metylo]fenylo]-aminy (zw. II)

5,0 g (0,049 mola) bezwodnika octowego ($d=1.08 \text{ g/cm}^3$)10,6 g (0,173 mola) kwasu octowego ($d=1.06 \text{ g/cm}^3$)**Wykonanie preparatu:**

W kolbie okrągłodennej o pojemności 25 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, sporządza się na gorąco roztwór związku II w kwasie octowym, po czym dodaje się przez chłodnicę zwrotną bezwodnik octowy i całość utrzymuje się w stanie wrzenia przez 15 minut, a następnie oziębia, chłodząc z zewnątrz wodą z lodem. Wydzielony produkt reakcji odsącza się na lejku Buchnera i przemywa 3-4 ml metanolu. Surowy produkt oczyszcza się w razie potrzeby przez wygotowanie w etanolu. Wydajność: 80-85%

TLC

toluen : aceton (7 : 3)


Właściwości

Jasnożółte kryształy o t.t. 227-235°C (rozkład), ciemniejące na świetle, nierozpuszczalne w wodzie, acetonie, benzenie, toluenie, chloroformie i trudno rozpuszczalne w metanolu i etanolu.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNEJ


1. Bezwodnik kwasu octowego

CAS: 108-24-7
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: intensywny

Symbol	 GHS02, GHS05, GHS06
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H225 - Łatwopalna ciecz i pary H302 - Działa szkodliwie po połknięciu H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu H330 - Wdychanie grozi śmiercią
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 P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy P304+P340+P310 - W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: Wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić warunki do odpoczynku w pozycji umożliwiającej swobodne oddychanie. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem P351+P338+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

2. 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	<p>P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrzenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione</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>P370+P378 - W przypadku pożaru: Użyć wody, piany, proszku, CO₂</p> <p>P403+P235 - Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać w chłodnym miejscu</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


3. Kwas octowy

CAS: 64-19-7

Postać: ciecz

Barwa: bezbarwna

Zapach: ostry, gryzący

Symbol	 <p>GHS02, GHS07</p>
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. cieczy.</p> <p>P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


4. 4-Nitrotoluen

CAS: 99-99-0
Postać: krystaliczny
Barwa: jasnożółty
Zapach: brak danych

Symbol	 <p>GHS06, GHS08, GHS09</p>
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	<p>H301 + H311 + H331 Działa toksycznie po połknięciu, w kontakcie ze skórą lub w następstwie wdychania</p> <p>H373 Może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub wielokrotne narażenie.</p> <p>H411 Działa toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki</p>
środki ostrożności	<p>P261 Unikać wdychania pyłu.</p> <p>P273 Unikać uwolnienia do środowiska.</p> <p>P280 Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną.</p> <p>P301 + P310: W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem.</p> <p>P311 Skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


5. Siarka

CAS: 7704-34-9
Postać: ciało stałe
Barwa: jasnożółty
Zapach: charakterystyczny

Symbol	 <p>GHS07</p>
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H315 - Działa drażniąco na skórę.
środki ostrożności	<p>P302+P352 - W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: Umyć dużą ilością wody.</p> <p>P332+P313 - W przypadku wystąpienia podrażnienia skóry: zasięgnąć porady/zgłosić się pod opiekę lekarza.</p> <p>P362+P364 - Zanieczyszczoną odzież zdjąć i wyprać przed ponownym użyciem.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


6. Tiosemikarbazyd

CAS: 79-19-16
Postać: ciało stałe
Barwa: jasnożółty
Zapach: bez zapachu

Symbol	 GHS06
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H300 - Połknięcie grozi śmiercią
środki ostrożności	P307+P310 - W przypadku narażenia lub styczości: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

7. 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