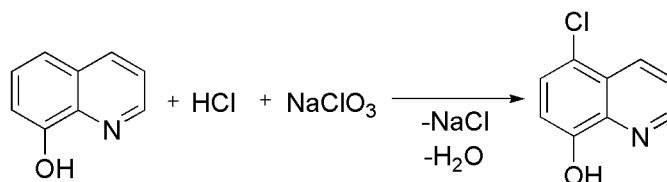


KLIOCHINOL – synteza 2 etapowa

5-chloro-7-jodo-8-chinolinol

Etap 1. Synteza 5-chloro-8-hydroksychinolinoliny**Odczynniki**

4,5 g (0,031 mola)	8-hydroksychinolinoliny
40 ml	25% kwasu solnego
1,28 g (0,015 mola)	chloranu (V) sodu
50-60 ml	wody
q.s.	nasycony roztwór wodorowęglanu sodu (5 g)
q.s.	metanol do krystalizacji

Wykonanie preparatu

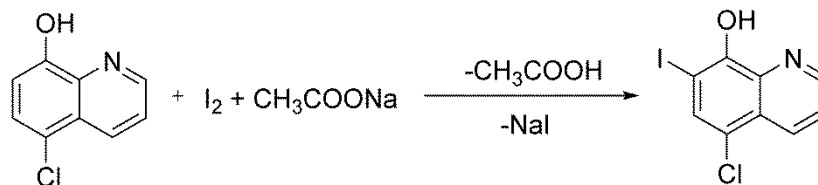
W kolbce okrągłodennej trójściennej o pojemności 100 ml zaopatrzonej w mieszadło i termometr, rozpuszcza się 8-hydroksychinolinę w 35 ml 25% kwasu solnego, a następnie wkrapla roztwór chloranu (V) sodu w 5 ml wody w czasie ok 30 minut, utrzymując temperaturę mieszaniny w granicach 28-32⁰C. Następnie podnosi się temperaturę mieszaniny do 35-40⁰C i miesza się jeszcze przez 1h, a potem pozostawia do oziębienia w temperaturze 10-15⁰C na 2h. Wydzielony żółtawy osad chlorowodoru 5-chloro-8-hydroksychinolinoliny (t.t. 250-256⁰C) odsącza się pod próżnią, przemywa 5 ml 25% kwasu solnego i dobrze odciska. Wilgotny osad chlorowodoru przenosi się do zlewki i rozpuszcza na gorąco w ok 30-40 ml wody i mieszając, zobojętnia nasyconym roztworem wodorowęglanu sodu do pH 6,5-7,0. Wytrącony osad 5-chloro-8-hydroksychinolinoliny sączy się, przemywa na lejku 3 razy po 5 ml zimnej wody, suszy na powietrzu w temp 60 ⁰C. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z 80% metanolu. Wydajność: 56-63%.

UWAGA!!!! Związek tworzy **barwne kompleksy z jonami żelaza (III)** i należy unikać kontaktu z przedmiotami żelaznymi (np. **szpatelkami metalowymi**).

Właściwości

Kremowe kryształy o t.t. 127-130 °C, trudno rozpuszczalne w wodzie, łatwo rozpuszczalne w roztworach kwasów i zasad. W większości rozpuszczalników organicznych łatwo rozpuszcza się na gorąco, trudno na zimno.

Etap 2. Synteza 5-chloro-7-jodo-8-hidroksychinoliny



Odczynniki:

1,8 g (0,010 mola) 5-chloro-8-hidroksychinoliny

0,83 g (0,010 mola) bezwodnego octanu sodu

2,55 g (0,010 mola) jodu

65,0 ml etanolu

50,0 ml r-r 5% siarczanu (IV) sodu

kwas octowy, octan etylu lub mieszanina octan etylu: etanol (4:9) do krystalizacji

Wykonanie preparatu

W kolbie okrągłodennej dwuszyjnej (trójszyjnej) o pojemności 100 ml rozpuszcza się 5-chloro-8-hidroksychinolinę w 25 ml etanolu, dodaje octan sodu i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną, dodając w czasie ok. 30 minut roztwór jodu w 30 ml etanolu. Po zakończeniu dodawania mieszaninę reakcyjną gotuje się jeszcze przez 10 minut i oziębia. Następnie dodaje się do zawiesiny produktu reakcji kroplami 5% roztwór siarczanu (IV) sodu (dla zredukowania resztek jodu) do odbarwienia (roztwór pomarańczowy). Po oziębieniu przez ok 1h w temperaturze 5°C wydzielony osad odsącza się na lejku Buchnera i przemywa 2 razy po 5 ml zimnego etanolu. Produkt krystalizuje się z kwasu octowego, octanu etylu lub mieszaniny octan etylu: etanol (4:9). Wydajność: ok 70%.

TLC

kwas octowy : toluen (1 : 4)

Właściwości

Jasnożółte lub kremowe kryształy o t.t (172-174 °C), nierozpuszczalne w wodzie, zimnym etanolu i eterze, rozpuszczalne na gorąco w octanie etylu, etanolu i kwasie octowym. W ługach rozpuszcza się z intensywnym żółtym zabarwieniem.

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 mieszania 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. 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


3. 8-hydroksychinolina

CAS: 148-24-3
Postać: ciało stałe
Barwa: biała
Zapach: ----

Symbol	 GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H302 Działa szkodliwie po połknięciu.
środki ostrożności	 Szkodliwy
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki


4. Jod

CAS: 7553-56-2
Postać: perłki
Barwa: czarna, fioletowa
Zapach: gryzący

Symbol	 GHS07, GHS08, GHS09
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H312 + H332 - Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą lub w następstwie wdychania H315 - Działa drażniąco na skórę. H319 - Działa drażniąco na oczy. H335 - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych. H372 - Powoduje uszkodzenie narządów (Tarczycy) poprzez długotrwałe lub wielokrotne narażenie drogą pokarmową. H400 - Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne
środki ostrożności	P261 - Unikać wdychania pyłu. P273 - Unikać uwolnienia do środowiska. P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną. 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. P314 -W przypadku złego samopoczucia zasięgnąć porady/ zgłosić się pod opiekę lekarz
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


5. Kwas octowy

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

Symbol	 GHS02, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
niebezpieczeństwo	H226 - Łatwopalna ciecz i pary. H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu.
środki ostrożności	P301+P330+P331 - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów. P307+P310 - W przypadku narażenia: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub 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. Kontynuować płukanie. P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrzenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione. cieczy. P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

6. Kwas solny


CAS: 7647-01-0
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: ostry, drażniący

Symbol	
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
niebezpieczeństwo	H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. H335 Może powodować podrażnienie dróg oddechowych. H290 Może powodować korozję metali.
środki ostrożności	P234 -Przechowywać wyłącznie w oryginalnym pojemniku. P260 -Nie wdychać 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. Nadal płukać. P303+P361+P353 -W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast usunąć/zdjąć całą

	<p>zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę pod strumieniem wody/prysznicem.</p> <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>P309+P311 -W przypadku narażenia lub złego samopoczucia: Skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

7. Octan etylu

CAS: 141-78-6
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: brak danych

Symbol	 <p>GHS02, GHS07</p>
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
niebezpieczeństwo	<p>H225 - Wysoce łatwopalna ciecz i pary.</p> <p>H319 - Działa drażniąco na oczy.</p> <p>H336 - Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy</p>
środki ostrożności	<p>P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Palenie wzbronione.</p> <p>P261 - Unikać wdychania par</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>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

8. Octan sodu bezwodny

CAS: 27-09-3
Postać: ciało stałe
Barwa: biała
Zapach: bez zapachu

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

9. Siarczan (IV) sodu

CAS: 7757-82-6
Postać: ciało stałe (krystaliczny proszek)
Barwa: biała
Zapach: bez zapachu

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