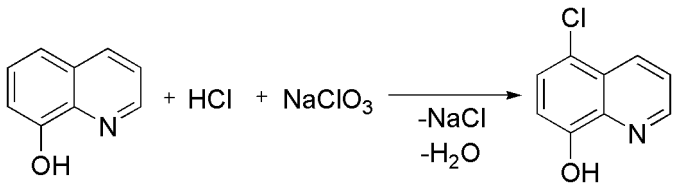
KLIOCHINOL – synteza 2 etapowa

5-chloro-7-jodo-8-chinolinol

Etap 1. Synteza 5-chloro-8-hydroksychinoliny



Odczynniki

4,5 g	(0,031 mola)	8-hydroksychinolina
40 ml		25% kwas solny
1,28 g	(0,015 mola)	chloran (V) sodu
50-60 ml		woda
q.s.		nasycony roztwór wodorowęglanu sodu (5 g stałego $NaHCO_3$)
q.s.		metanol do krystalizacji

Wykonanie preparatu

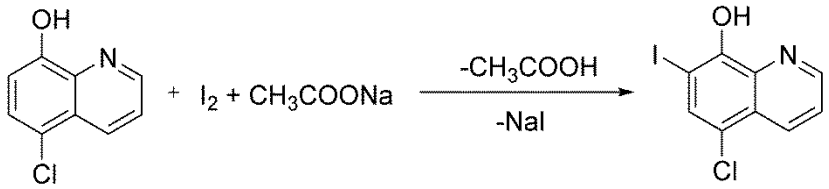
W kolbce okrągłodennej trójszyjnej o pojemności 100 ml zaopatrzonej w mieszadło oraz termometr rozpuszcza się 8-hydroksychinolinę w 35 ml 25% kwasu solnego, a następnie wkrapla roztwór chloranu (V) sodu w 5 ml wody w czasie ok 30 minut, utrzymując temperaturę mieszaniny w granicach 28-32^{0}C. Następnie podnosi się temperaturę mieszaniny do 35-40^{o}C i miesza się jeszcze przez 1h, a potem pozostawia do oziębienia w temperaturze 10-15^{0}C na 2h. Wydzielony żółty osad chlorowodorku 5-chloro-8-hydroksychinoliny (t.t. 250-256^{0}C) odsącza się pod próżnią i przemywa 5 ml 25% kwasu solnego. Wilgotny osad chlorowodorku 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-hydroksychinoliny sączy się na lejku Büchnera, przemywa 3 razy po 5 ml zimnej wody i suszy. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z 80% metanolu.

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 ^{0}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-hydroksychinoliny



Odczynniki:

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

0,83 g (0,010 mola) bezwodny octan sodu

2,55 g (0,010 mola) jod

65,0 ml etanol

50,0 ml 5% r-r 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 250 ml rozpuszcza się 5-chloro-8-hydroksychinolinę 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 porcjami 5% roztwór siarczanu (IV) sodu (dla zredukowania resztek jodu) do odbarwienia (roztwór pomarańczowy). Po oziębieniu przez ok 1h w temperaturze 5^0C wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa 2 razy po 5 ml zimnego etanolu. Produkt po wysuszeniu krystalizuje się z kwasu octowego, octanu etylu lub mieszaniny octan etylu: etanol (4:9).

TLC: Kwas octowy : toluen (1 : 4)

Właściwości

Jasnożółte lub kremowe kryształy o t.t (172-174 ^{0}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 NIEBEZPIECZNYCH

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: perełki
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 (Tarczyca) 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 KONTATKU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast usunąć/zdjąć całą

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

7. Octan etylu

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

Symbol	GHS02, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
niebezpieczeństwo	**H225** - Wysoce łatwopalna ciecz i pary. **H319** - Działa drażniąco na oczy. **H336** - Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy
środki ostrożności	**P210 -** Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Palenie wzbronione. **P261 -** Unikać wdychania par **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.
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