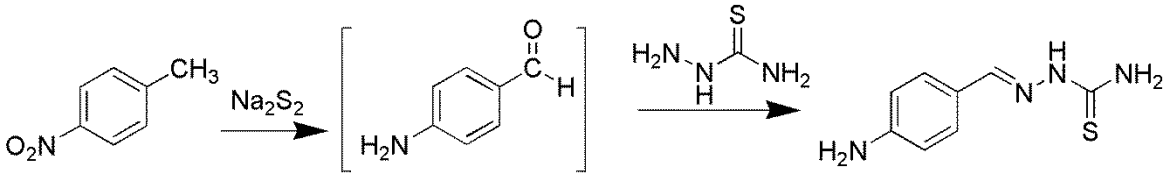
TIOACETAZON – synteza 2 etapowa

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

Etap 1. Synteza N-{4-[[(aminotiooksometylo)-hydrazono]-metylo]fenylo}-aminy



zw. I zw. II

Odczynniki

2,5 g	(0,018 mola)	4-nitrotoluen
2,5 g	(0,062 mola)	wodorotlenek sodu
1,2 g	(0,0037 mola)	siarka
1,0 g	(0,011 mola)	tiosemikarbazyd
12,0 ml		etanol

Wykonanie preparatu:

W kolbce płaskodennej 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).

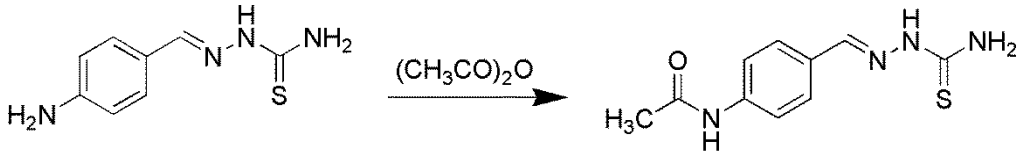
Oddzielnie przygotowuje się roztwór 4-nitrotoluenu w etanolu, który dodaje się do kolbki z klarownym roztworem i całość ponownie ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną przez 2h.

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 płaskodennej 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 sączy się na lejku Büchnera, przemywa wodą i suszy.

Właściwości:

t.t. 190-193°C.

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



zw. II

Odczynniki

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

5,0 g (0,049 mola) bezwodnik kwasu octowego (d=1.08 g/cm^3)

10,6 g (0,173 mola) kwas octowy (d=1.06 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 Büchnera i przemywa 3-4 ml metanolu. Surowy produkt w razie potrzeby oczyszcza się przez wygotowanie w etanolu.

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, trudno rozpuszczalne w metanolu i etanolu.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNYCH

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/ iskrzenia/ 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	**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. Kwas octowy

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

Symbol	 GHS02, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**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 ochronne, rękawiczki

4. 4-Nitrotoluen

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

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

5. Siarka

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

Symbol	**GHS07**
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H315** - Działa drażniąco na skórę.
środki ostrożności	**P302+P352 -** W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: Umyć dużą ilością wody. **P332+P313 -** W przypadku wystąpienia podrażnienia skóry: zasięgnąć porady/zgłosić się pod opiekę lekarza. **P362+P364 -** Zanieczyszczoną odzież zdjąć i wyprać przed ponownym użyciem.
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 styczności: 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