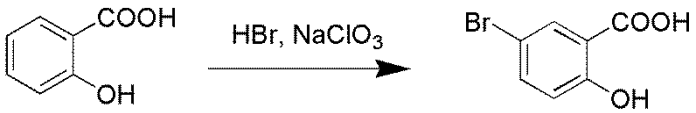
BROMOSALICYLCHLORANILID – synteza 2-etapowa

5-Bromo-4'-chlorosalicylanilid

Etap 1. Synteza kwasu 5-bromosalicylowego



Odczynniki

3,4 g	(0,025 mola)	kwas salicylowy
12,7 g	(0,063 mola)	40% kwas bromowodorowy (d = 1,38 g/cm^3)
0,9 g	(0,008 mola)	chloranu (V) sodu
9,0 ml		80% kwas octowy

Wykonanie preparatu

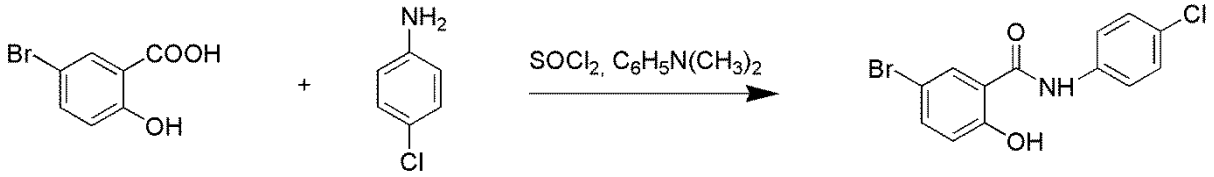
W kolbce dwuszyjnej okrągłodennej o pojemności 50 ml przygotowuje się zawiesinę kwasu salicylowego, kwasu bromowodorowego i kwasu octowego. Kolbkę umieszcza się na mieszadle magnetycznym pod chłodnicą zwrotną i całość ogrzewa się do uzyskania klarownego roztworu. Następnie z wkraplacza dozuje się powoli wcześniej przygotowany roztwór chloranu (V) sodu w 1,5-2,0 ml wody. Całość miesza się jeszcze przez 0,5 h, po czym po ostudzeniu wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa 5 ml 40% kwasu octowego. Z przesączu po zagęszczeniu do ok. 1/3 objętości uzyskuje się dodatkową ilość produktu. Połączone osady oczyszcza się przez krystalizację z wody.

TLC: Chlorek metylenu : metanol (4 : 1)

Właściwości:

Biały drobnokrystaliczny proszek o t.t. 165-167 ^{0}C, rozpuszczalny w wodzie, etanolu, kwasie octowym

Etap 2. Synteza 5-bromo-4'-chlorosalicylanilidu



Odczynniki

3,50 g (0,016 mola)	kwas 5-bromosalicylowy
2,03 g (0,016 mola)	4-chloroanilina
1,94 g (0,016 mola)	N,N-dimetyloanilina (d=0,96 g/cm^3)
2,34 g (0,020 mola)	chlorek tionylu (d = 1,64 g/cm^3)
20,0 ml	toluen
10-15 ml	10% kwas solny
ok. 15 ml	5% r-r wodorotlenku sodu
q.s.	etanol do krystalizacji

Wykonanie preparatu

W dwuszyjnej kolbce okrągłodennej o pojemności 50 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i wkraplacz sporządza się mieszaninę kwasu 5-bromosalicylowego, 4-chloroaniliny i N,N-dimetyloaniliny w 15 ml toluenu. Następnie wkrapla się roztwór chlorku tionylu w 5 ml toluenu (**uwaga! – reagent o właściwościach drażniących i nieprzyjemnym zapachu**), po czym całość ogrzewa się przez 0,5 h w temp. ok. 100˚C (może być na łaźni wodnej). Następnie oddestylowuje się rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem a do pozostałości dodaje się 10 – 15 ml 10% kwasu solnego (do odczynu kwaśnego), odsącza osad na lejku Büchnera i przemywa wodą. Produkt reakcji oczyszcza się przez rozpuszczenie w 5% r-rze wodorotlenku sodu (ok 20-30 ml), ogrzanie z dodatkiem niewielkiej ilości węgla aktywnego. Po odsączeniu na sączku karbowanym przesącz zakwasza się 10% kwasem solnym w celu wytrącenia właściwego produktu reakcji. Wydzielony osad po odsączeniu na lejku Büchnera i wysuszeniu oczyszcza się przez krystalizację z etanolu.

TLC: toluen : aceton (4 : 1)

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t 238-242 ˚C, trudno rozpuszczalne w metanolu, etanolu, acetonie i chlorobenzenie

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. Chlorek tionylu

CAS: 7719-09-7
Postać: ciecz
Barwa: żółta
Zapach: drażniący, specyficzny

symbol	GHS05, GHS06
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H302** Działa szkodliwie po połknięciu. **H314** Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. **H331** Działa toksycznie w następstwie wdychania.
środki ostrożności	**P260** Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy. **P280** Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. **P303 + P361 + P353** W PRZYPADKU KONTATKU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę pod strumieniem wody/prysznicem. **P304 + P340 + P310** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić mu warunki do swobodnego oddychania.

	Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/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. Nadal płukać. **P403 + P233** Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty. **EUH014** Reaguje gwałtownie z wodą. **EUH029** W kontakcie z wodą uwalnia toksyczne gazy.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

3. 4-Chloroanilina

CAS: 106-47-8
Postać: ciało stałe
Barwa: bezbarwna
Zapach: specyficzny

symbol	GHS06,GHS08, GHS09
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H301** Działa toksycznie po połknięciu. **H311** Działa toksycznie w kontakcie ze skórą. **H317** Może powodować reakcję alergiczną skóry. **H331** Działa toksycznie w następstwie wdychania. **H350** Może powodować raka. **H410** Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
środki ostrożności	**P201** Przed użyciem zapoznać się ze specjalnymi środkami ostrożności. **P261** Unikać wdychania pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy**. 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, rękawiczki

4. N,N-Dimetyloanilina

CAS: 121-69-7

Postać: ciecz
Barwa: żółta
Zapach: aminowy

Symbol	**GHS06,GHS08,GHS09**
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo

rodzaj zagrożenia	**H301** Działa toksycznie po połknięciu. **H311** Działa toksycznie w kontakcie ze skórą. **H331** Działa toksycznie w następstwie wdychania. **H351** Podejrzewa się że powoduje raka. **H411** Działa toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.
środki ostrożności	**P273** Unikać uwolnienia do środowiska. **P281** Stosować wymagane środki ochrony indywidualnej. **P302 + P352** W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: Umyć dużą ilością wody z mydłem. **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. **P308 + P310** W PRZYPADKU narażenia lub styczności: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

5. Kwas 5-bromosalicylowy

CAS: 89-55-4
Postać: ciało stałe
Barwa: biała
Zapach: bez zapachu

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

6. Kwas bromowodorowy 48%

CAS: 10035-10-6
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: ostry

Symbol	GHS05, GHS07
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H314** Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. **H335** Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
środki ostrożności	**P280** Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. **P301 + P330 + P331** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów. **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. **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. **P308 + P310** W PRZYPADKU narażenia lub styczności: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary, rękawiczki

7. 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. **P280** - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

8. Kwas salicylowy

CAS: 69-72-7
Postać: ciało stałe
Barwa: biała
Zapach: bez zapachu

Symbol	 **GHS05, GHS07**
hasło ostrzegawcze	Niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H302** Działa szkodliwie po połknięciu. **H318** Powoduje poważne uszkodzenie oczu.
środki ostrożności	**P280** Stosować ochronę oczu/ ochronę twarzy. **P301 + P312 + P330** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z

	OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem. Wypłukać usta. **P305 + P351 + P338 + P310** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

9. 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

10. Toluen

CAS: 108-88-3
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: aromatyczny

Symbol	 GHS02, GHS07, GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H225 –** Wysoce łatwopalna ciecz i pary **H304 –** Połknięcie i dostanie się przez drogi oddechowe może grozić śmiercią. **H315 –** Działa drażniąco na skórę.

	H336 – Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy. **H361d –** Podejrzewa się, że działa szkodliwie na dziecko w łonie matki. **H373 –** Może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie .
środki ostrożności	**P210 –** Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Palenie wzbronione. **P260 –** Nie wdychać pyłu/dymu/gazu/mgły/par/rozpylonej cieczy **P280 –** Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną **P301 + P310 –** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem. **P370 + P378 –** W przypadku pożaru: Stosować zraszanie wodą, piany alkoholoodporne, suche chemikalia lub dwutlenek węgla. **Mały pożar** gasić gaśnicą proszkową lub śniegową (dwutlenek węgla). **Duży pożar:** palące się zbiorniki lub rozlewiska gasić pianą lub prądami wodnymi rozproszonymi. **Nie stosować zwartych strumieni wody na powierzchnię cieczy.** **P403 + P235 –** Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać w chłodnym miejscu.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki