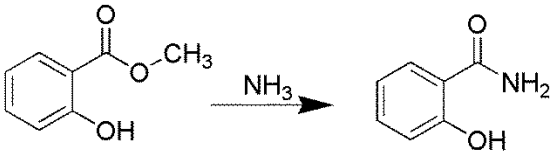
ETENZAMID – synteza 2 etapowa

2-Etoksybenzamid

Etap 1. Synteza salicylamidu



Odczynniki

4,0 g	(0,026 mola)	salicylan metylu (d = 1,18 g/cm^3)
36,0 ml		25% roztwór amoniaku
20,0 ml		nasycony roztwór wodorowęglanu sodu

Wykonanie preparatu

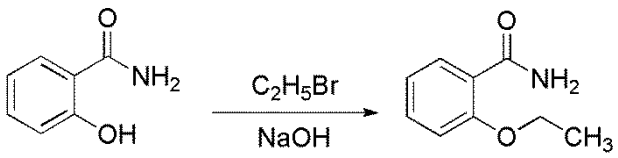
W kolbce okrągłodennej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w szlifowany lub gumowy korek umieszcza się salicylan metylu i amoniak i miesza intensywnie na mieszadle magnetycznym do zaniku warstwy oleistej (ok. 4-5 h). Następnie roztwór zagęszcza się do połowy objętości przez destylację prostą, a pozostałość przenosi do zlewki o pojemności 100 ml i rozcieńcza 35 ml gorącej wody. Wydzielony osad 2-hydroksybenzamidu odsącza się na lejku Büchnera i przepłukuje zimną wodą. W celu usunięcia ewentualnie powstającego ubocznie kwasu salicylowego, surowy osad 2-hydroksybenzamidu miesza się z 20 ml nasyconego roztworu wodorowęglanu sodu, sączy na lejku Büchnera, przemywa 10 ml zimnej wody i krystalizuje z wody.

TLC: Chloroform : aceton (4 : 1)

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 139-142 ^{0}C, łatwo rozpuszczalne w etanolu i gorącej wodzie, trudno rozpuszczalne w zimnej wodzie i chloroformie.

Etap 2. Synteza etenzamidu (2-etoksybenzamidu)



Odczynniki

2,7 g	(0,020 mola)	2-hydroksybenzamid (salicylamid)
0,8 g	(0,020 mola)	wodorotlenek sodu
4,0 g	(0,026 mola)	bromoetan (bromek etylu); d= 1,461 g/cm^3
10,0 ml		etanol
q.s.		70% etanol do krystalizacji

Wykonanie preparatu

W kolbce płaskodennej o pojemności 50 ml przygotowuje się roztwór wodorotlenku sodu w 15 ml wody, po czym dodaje się 2-hydroksybenzamid, bromek etylu oraz 10 ml etanolu. Roztwór ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną przez 2-3 h, po czym zostawia do ostudzenia i wytracenia osadu. Wydzielony osad oczyszcza się przez krystalizację z 70% etanolu.

TLC: Chlorek metylenu : metanol (95 : 5)

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 131-134 ^{0}C, rozpuszczalne w niższych alkoholach, acetonie i chloroformie, natomiast trudno rozpuszczalne w benzenie, nierozpuszczalne na zimno w wodzie.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNYCH

1. Amoniak r-r 25%

Nr CAS: 1336-21-6
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwny
Zapach: nieprzyjemny, duszący

Symbol	GHS05, GHS07, GHS09
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H290** - Może powodować korozję metali. **H314** - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. **H335** - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych. **H400** - Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne.
środki ostrożności	**P273** - Unikać uwolnienia do środowiska. **P280** - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. **P301 + P330 + P331** - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów. **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

2. Bromoetan (bromek etylu)

Nr CAS: 74-96-4
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: (bez zapachu)

Symbol	GHS02, GHS07, GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H225** - Wysoce łatwopalna ciecz i pary. **H302** - Działa szkodliwie po połknięciu **H332** – Działa szkodliwie w następstwie wdychania **H351** - Podejrzewa się, że powoduje raka **H420** - Niebezpieczny dla warstwy ozonowej (kategoria 1)
środki ostrożności	**P210** - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrzenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione **P261** - Unikać wdychania pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy

	P304 + **P340 + P312**- W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić warunki do odpoczynku w pozycji umożliwiającej swobodne oddychanie. W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem **P370** - W przypadku pożaru stosować zraszanie wodą, piany alkoholoodporne, suche chemikalia lub dwutlenek węgla **P403+P235** - Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać w chłodnym miejscu
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

3. 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

4. 2-hydroksybenzamid (salicylamid)

CAS: 65-45-2
Postać: ciało stałe
Barwa: bezbarwna
Zapach: (bez zapachu)

Symbol	 GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H302** - Działa szkodliwie po połknięciu **H315** - Działa drażniąco na skórę **H319** - Działa drażniąco na oczy. **H335** - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
środki ostrożności	**P261** Unikać wdychania pyłu/dymu/gazu/mgły/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
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

5. Salicylan metylu

CAS: 119-36-8
Postać: ciecz
Barwa: jasno żółty
Zapach: aromatyczny

Symbol	GHS07
hasło ostrzegawcze	uwaga
rodzaj zagrożenia	**H302** Działa szkodliwie po połknięciu.
środki ostrożności	**P301 + P310 + P330 –** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem. Wypłukać usta.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

6. 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

7. Wodorowęglan sodu

CAS: 144-55-8
Postać: ciało stałe
Barwa: biały
Zapach: bez zapachu

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