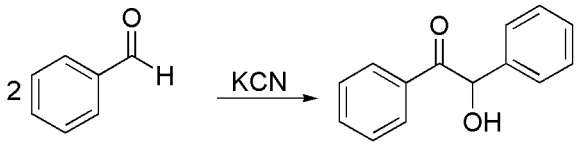
FENYTOINA – synteza 3 etapowa

5,5-difenylo-2,4-imidazolidynodion

5,5-difenylohydantoina

Etap 1. Synteza benzoiny



Odczynniki

5,0 g	(0,047 mola)	benzaldehyd (d = 1,04 g/cm^3)
0,5 g	(0,007 mola)	cyjanek potasu
5,0 ml		woda
6,0 ml		etanol
q.s.		etanol do krystalizacji

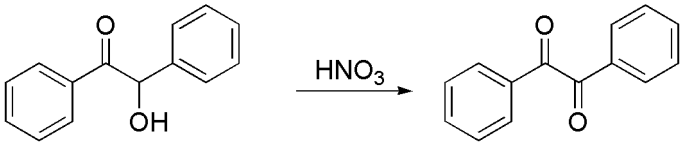
Wykonanie preparatu:

W kolbce płaskodennej o pojemności 50 (100) ml przygotowuje się roztwór benzaldehydu w 6 ml etanolu, po czym dodaje się wodny roztwór cyjanku potasu i ogrzewa do wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez 1 h. Po oziębieniu odsącza się wydzieloną benzoinę, przemywa na lejku niewielką ilością zimnej wody. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu.

Właściwości

Bezbarwne lub kremowe kryształy o t.t. 130-134 ^{0}C, rozpuszczalne w pirydynie, acetonie na gorąco w etanolu, nierozpuszczalne w wodzie i eterze.

Etap 2. Synteza benzilu (Metoda A)



Odczynniki:

4,2 g	(0,020 mola)	benzoina
9,2 g	(0,054 mola)	stężony kwas azotowy (d = 1,35 g/cm^3)
q.s.		metanol do krystalizacji

Wykonanie

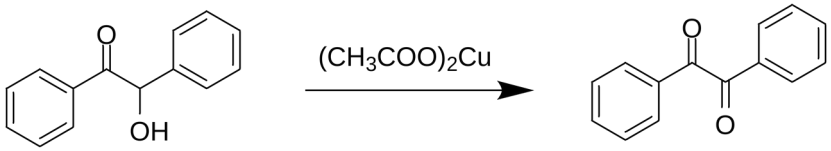
W kolbce płaskodennej o pojemności 100 ml ogrzewa się reagenty pod chłodnicą zwrotną z odprowadzeniem wydzielajacych się par do wentylacji na łaźni wodnej przez 2-3 h od czasu do czasu wstrząsając. Następnie zawartość kolbki wlewa się do zlewki ze 100 ml wody, odsącza żółtą, krystaliczną substancję i przemywa na lejku wodą. Po wysuszeniu krystalizuje się z metanolu.

TLC: Eter naftowy : octan etylu 9 : 1

Właściwości

Żółte kryształy o t.t 95-95^{0}C, nierozpuszczalne w wodzie, latwo rozpuszczalne w etanolu, chloroformie, benzenie czy toluenie.

Etap 2. Synteza benzilu (Metoda B)



Odczynniki:

4,2 g	(0,020 mola)	benzoina
8,0 g	(0,040 mola)	monohydrat octanu miedzi (II)
32 ml		lodowaty kwas octowy
15 ml		woda

Wykonanie

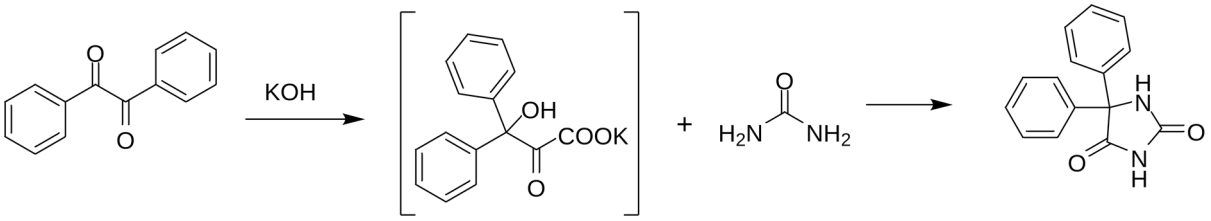
W kolbce płaskodennej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się reagenty, ogrzewa w temperaturze wrzenia przez 20-30 minut i sączy na gorąco. Po wystudzeniu w przesączu wytrąca się osad, który sączy się na lejku Büchnera, przemywa wodą i suszy na powietrzu. Po wysuszeniu krystalizuje się z metanolu.

TLC: Eter naftowy : octan etylu 9 : 1

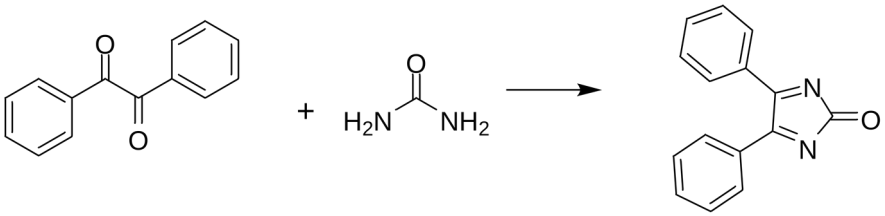
Właściwości

Żółte kryształy o t.t 95-95^{0}C, nierozpuszczalne w wodzie, latwo rozpuszczalne w etanolu, chloroformie, benzenie czy toluenie.

Etap 3. Synteza 5,5-difenylo-2,4,-imidazolidynodionu (5,5-difenylohydantoiny)



Ubocznie:



Odczynniki

2,5 g	(0,012 mola)	benzil
1,2 g	(0,019 mola)	mocznik
1,0 g	(0,018 mola)	wodorotlenek potasu
20,0 ml		woda
40,0 ml		etanol
q.s.		etanol do krystalizacji
150,0 ml		woda z lodem

Wykonanie:

W kolbie o pojemności 250 ml rozpuszcza się wodorotlenek potasu w 20 ml wody, dodaje się benzil, mocznik oraz etanol i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia przez 2h. Następnie mieszaninę reakcyjną wlewa się do 150 ml wody z lodem i odsącza wydzielony produkt uboczny. Przesącz zakwasza się stężonym kwasem solnym i odsącza wydzielony produkt. Po wysuszeniu osad krystalizuje się z etanolu.

TLC: Chlorek metylenu : metanol (9 : 1)

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 286-292^{0}C, nierozpuszczalne w wodzie, trudno rozpuszczalne w etanolu, acetonie. Rozpuszcza się w roztworach zasad z utworzeniem soli.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNYCH

1. Benzaldehyd

CAS: 100-52-7
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwny do jasnożółty
Zapach: gorzkich migdałów

Symbol	GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H302** - Działa szkodliwie po połknięciu. **H227** - Palna ciecz. **H312** - Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą. **H315** - Działa drażniąco na skórę
środki ostrożności	Szkodliwy Unikać zanieczyszczenia skóry i oczu. Unikać wdychania par
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

2. Benzil

CAS: 134-81-6
Postać: ciało stałe,
Barwa: jasnożółty, ciemnożółty
Zapach: charakterystyczny

Symbol	GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H315**-Działa drażniąco na skórę. **H319** -Działa drażniąco na oczy.
środki ostrożności	**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.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

3. Cyjanek potasu

CAS: 151-50-8
Postać: ciało stałe
Barwa: biały
Zapach: charakterystyczny (łagodny)

Symbol	GHS06 GHS08 GHS09
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H290** - Może powodować korozję metali. **H300** - Połknięcie grozi śmiercią. **H310** - Grozi śmiercią w kontakcie ze skórą. **H330** - Wdychanie grozi śmiercią. **H400** - Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne. **H410** - Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki
środki ostrożności	niebezpieczny dla środowiska bardzo toksyczny W kontakcie z kwasami uwalnia bardzo toksyczne gazy
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

4. 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

5. Kwas azotowy (V)

CAS: 108-24-7

Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna lub jasnożółta
Zapach: charakterystyczny, intensywny

Symbol	GHS03, GHS05
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H272** - Może intensyfikować pożar; utleniacz **H290** - Może powodować korozję metali **H314** - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu
środki ostrożności	**P210** - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrzenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. Palenie wzbronione **P220** - Trzymać/ Przechowywać z dala od odzieży i materiałów zapalnych **P260** - Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy **P280** - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy **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 środka gaśniczego, właściwego do otaczającego ognia.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

6. **Octan miedzi (II)**

CAS: 142-71-2
Postać: ciało stałe (proszek krystaliczny)
Barwa: ciemnozielona, przezroczysta
Zapach: bez zapachu

Symbol	GHS05 GHS07
	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H314** - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu
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 KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę pod strumieniem wody **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 środka gaśniczego, właściwego do otaczającego ognia.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

7. Metanol

CAS: 67-56-1
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: gryzący

Symbol	GHS02, GHS07, GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H225** - Wysoce łatwopalna ciecz i pary. **H301 + H311 + H331** - Działa toksycznie po połknięciu, w kontakcie ze skórą w następstwie wdychania **H332** powoduje uszkodzenie narządów
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 **P301+P310** - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem. **P311** - Skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

8. 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

9. Mocznik

CAS: 57-13-6
Postać: ciało stałe (proszek)
Barwa: biały
Zapach: charakterystyczny

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

10. Wodorotlenek potasu

CAS: 1310-58-3
Postać: ciało stałe
Barwa: biały, bezbarwny
Zapach: bezwonny

Symbol	GHS05, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
niebezpieczeństwo	**H290** - Może powodować korozję metali. **H302** - Działa szkodliwie po połknięciu **H314** - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu
środki ostrożności	**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. Kontynuować płukanie. **P307+P310** - W przypadku narażenia lub styczności natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki