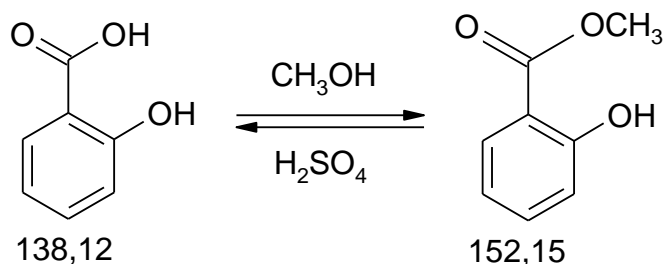


ETENZAMID

(2-etoksybenzamid)

1. Salicylan metylu (estryfikacja)



Odczynniki:

Kwas salicylowy – 10 g

Metanol – 30 cm³

H₂SO₄ stęż. – 4 cm³

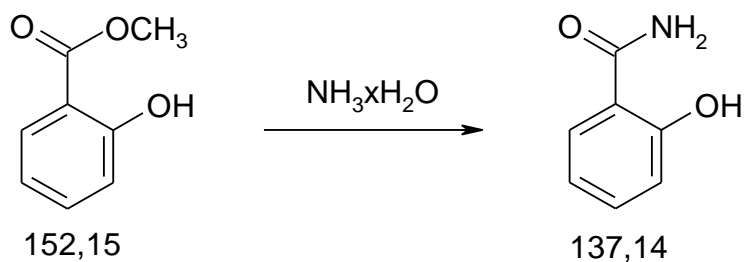
Tetrachloroetylen – 15 cm³

5% roztwór Na₂CO₃ – 20 cm³

W kulistej kolbie okrągłodennej o pojemności 250 cm³ umieścić 10 g kwasu salicylowego, dodać 30 cm³ metanolu i ostrożnie wkropić 4 cm³ stężonego H₂SO₄. Do mieszaniny dodać kamyczek wrzenny, a następnie ogrzewać w łagodnym wrzeniu przez 5 h, pod chłodnicą zwrotną zabezpieczoną rurką z CaCl₂. Po zakończeniu estryfikacji z kolby usunąć kamyczek wrzenny i mieszaninę zagęścić na wyparce rotacyjnej w celu usunięcia metanolu (w trakcie zagęszczania mieszanina się pieni – należy użyć łapacza kropel). Pozostałość przenieść do rozdzielacza zawierającego ok. 100 cm³ wody. Kolbę przepłukać ok. 20 cm³ wody i roztwór dodać do rozdzielacza. Ponownie przemyć kolbę ok. 15 cm³ tetrachloroetylenem i dodać go do mieszaniny w rozdzielaczu. Po wytrząśnięciu i rozdzieleniu warstw zebrać warstwę organiczną, a wodną zlać do zbiornika na kwaśne zlewki wodne. Warstwę organiczną po ponownym przeniesieniu do rozdzielacza, przemyć ok. 20 cm³ wody, następnie 20 cm³ 5% roztworu Na₂CO₃ i ponownie 20 cm³ wody. Ekstrakt należy wysuszyć w kolbie Erlenmayera używając bezwodnego MgSO₄. Środek suszący odsączyć na sączku karbowanym i przemyć niewielką ilością (ok. 5 cm³) tetrachloroetylenem. Z otrzymanego roztworu usunąć rozpuszczalnik na wyparce rotacyjnej, a surowy ester przenieść do kolby Claisena. Destylację wykonać pod zmniejszonym ciśnieniem zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 114-116°C/20mmHg.

Wydajność: 7.1 - 8,9g (65 – 81%)

2. Salicylamid (amonioliza estru)



Odczynniki:

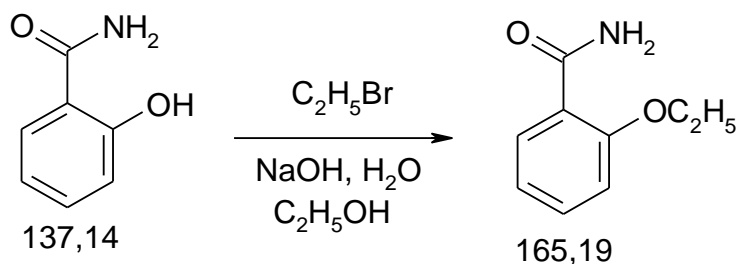
Salicylan metylu	4.0 g
Roztwór 25% amoniaku	40 cm ³
Nasycony roztwór NaHCO ₃	20 cm ³

W kolbie Erlenmayera o pojemności 200 – 250 cm³ umieścić 4.0 g salicylanu metylu oraz 40 cm³ 25% roztworu amoniaku. Kolbę po zamknięciu korkiem umieścić na wytrząsarce i prowadzić amoniolizę do momentu powstania jednorodnego roztworu (zaniknięcie warstwy organicznej). Zawartość kolby Erlenmayera przenieść do kolby okrągłodennej o pojemności 100 cm³, wrzucić kamyczek wrzenny i przeprowadzić destylację prostą (**pod wyciągiem!**) do zredukowania objętości roztworu o połowę. Pozostałość przenieść do zlewki o pojemności 100 cm³ i dodać 35 cm³ wrzącej wody. Powstały roztwór schłodzić i umieścić w lodówce na 30 min. Wydzielone kryształy salicylamidu odsączyć na lejku Shotta, przemyć 10 cm³ zimnej wody, następnie 20 cm³ nasyconego roztworu NaHCO₃ i ponownie 10 cm³ zimnej wody. Produkt po wysuszeniu na powietrzu ma czystość pozwalającą na użycie bez krystalizacji w kolejnym etapie syntezy.

Temperatura topnienia 138-141°C.

Wydajność ok. 2.7 – 2.9g salicylamidu.

3. Etenzamid (O-alkilowanie)



Odczynniki:

Salicylamid	- 2.7 g
NaOH	- 0.8 g
Woda	- 15 cm ³
Bromoetan	- 4.0 g (2.75 cm ³)
Etanol 96°	- 10 cm ³
Etanol 70°	- ok. 10 cm ³ (do krystalizacji)

Reakcję należy przeprowadzić pod wyciągiem! W kulistej kolbie okrągłodennej o poj. 50 lub 100 cm³ przygotować roztwór 0.8 g NaOH w 15 cm³ wody, następnie dodać 2.7 g salicylamidu oraz 2.75 cm³ bromoetanu i 10 cm³ 96° etanolu. Po dodaniu kamyczka wrzennego ogrzewać we wrzeniu pod chłodnicą zwrotną przez 3 godz. Po zakończeniu reakcji kolbę ochłodzić do temperatury otoczenia, a następnie umieścić w lodówce na ok. 1 godz. w celu wydzielenia się produktu. Otrzymany etenzamid odsączyć na lejku Shotta i przemyć niewielką ilością (ok. 10 cm³) zimnej wody. Surowy produkt przenieść do kolby okrągłodennej o poj. 100 cm³ i krystalizować z 70° etanolu.

Temperatura topnienia: 129-134°C. Wydajność: ok. 2g (ok. 60%)