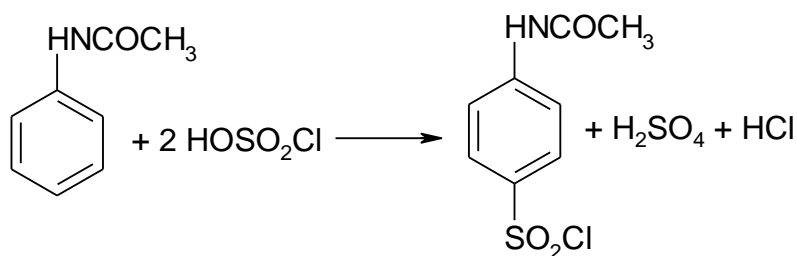


SULFANILAMID

(4-aminobenzenosulfonamid)

CHLOREK KWASU ACETYLOSULFANILOWEGO

(chlorosulfonowanie)

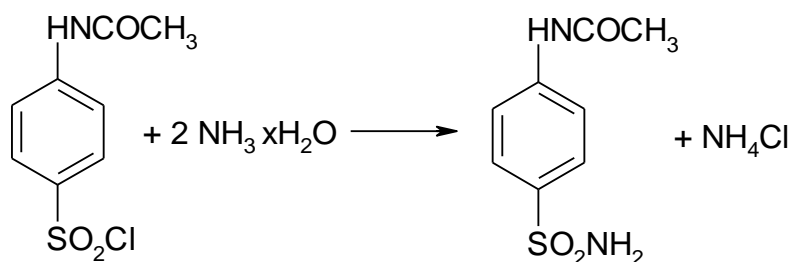


Odczynniki:

Kwas chlorosulfonowy	30 cm ³
Acetanilid	10 g

Do **suchej** kolby Erlenmayera o pojemności 250 cm³, zaopatrzonej w rurkę do odprowadzania wydzielającego się chlorowodoru, wlewa się 30cm³ kwasu chlorosulfonowego. Po ochłodzeniu zawartości kolby z zewnątrz solanką do temperatury 0 °C wprowadza się, mieszając, małymi porcjami w ciągu 1-2 godzin suchy acetanilid. Temperatura mieszaniny reakcyjnej w tym czasie nie może przekroczyć 10 °C. Po wprowadzeniu całej ilości acetanilidu kolbę ogrzewa się powoli na łaźni wodnej do temperatury 60 °C (temp. łaźni ok. 75 °C). Zawartość kolby chłodzi się do temperatury pokojowej i wlewa powoli ciekłym strumieniem na drobno potłuczony lód (ok. 200 g), umieszczony w zlewce. Lód w czasie wprowadzania mieszaniny poreakcyjnej należy dokładnie mieszać w celu uniknięcia miejscowego przegrzania. **Cała reakcja otrzymywania chlorku musi być przeprowadzana pod wyciągiem.** Wydzielony chlorek kwasu p-acetyloaminobenzenosulfonowego odsącza się na sączku ze szkła spiekanego i przemywa lodowatą wodą do prawie obojętnej reakcji według papierka uniwersalnego (pH przesączu >3). Dobrze odcisnięty osad zawiera 50-60% suchej masy i bez dalszego suszenia i oczyszczania może być użyty do następnego etapu syntezy.

AMID KWASU ACETYLOSULFANILOWEGO (aminoliza)



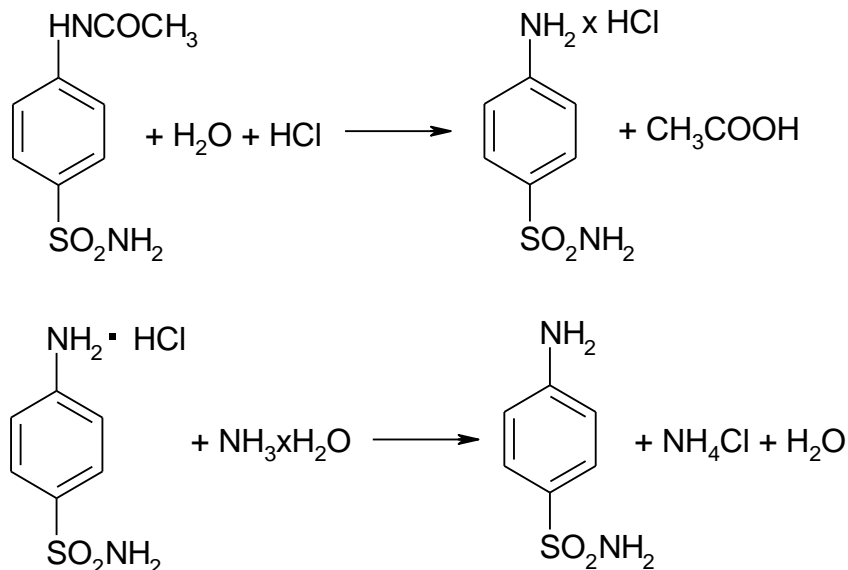
Odczynniki:

Chlorek kwasu acetylosulfanilowego wilgotny	ilość z pierwszego etapu
Roztwór 25% amoniaku	60cm ³

Do kolby Erlenmayera o pojemności 250 cm³ wlewa się 60 cm³ 25% amoniaku i porcjami, w ciągu 1,5-2 godzin, wprowadza się wilgotny chlorek kwasu 4-acetyloaminobenzenosulfonowego. **Mieszanie reakcyjną pozostawia się do następnego dnia.** Wydzielony osad amidu odsącza się na lejku Schotta i przemywa zimną wodą. Starannie odsączony, wilgotny amid kwasu 4-acetyloaminobenzenosulfanilowego używa się do następnego etapu syntezy.

AMID KWASU SULFANILOWEGO

(hydroliza kwasowa amidu)



Odczynniki:

Amid kwasu p-acetyloaminobenzenosulfonowego wilgotny	ilość z poprzedniego etapu
Kwas solny ok. 8% (2+9)*	q.s.
Roztwór 25% amoniaku	q.s.

W kolbie okrągłodennej o pojemności 250 cm³ umieszcza się wilgotny amid kwasu 4-acetyloaminobenzenosulfonowego, po czym wlewa się rozcieńczony kwas solny (3 cz. obj. kwasu na 1 cz. wag. amidu). Po nałożeniu chłodnicy zwrotnej mieszaninę ogrzewa się przez godzinę w łagodnym wrzeniu (kamyczki wrzenne!), Następnie, po schłodzeniu, dodaje się ok. 0,2 g węgla aktywowanego i ponownie doprowadza do wrzenia na ok. 5 minut, po czym zawartość kolby sączy się na gorąco przez sączonek karbowany. Po ochłodzeniu do przesącza dodaje się roztwór 25% amoniaku do reakcji obojętnej według papierka uniwersalnego. Amid kwasu sulfanilowego wydziela się w postaci krystalicznego osadu. Po odsączeniu na lejku Schotta osad przemywa się zimną wodą (ok. 100 cm³) i suszy.

Właściwości: biały, krystaliczny proszek; temp.top. 160-161°C; po krystalizacji z wody z dodatkiem węgla aktywowanego otrzymuje się produkt o t.t. 164-165°C

* Rozcieńczony kwas solny otrzymuje się dodając stężony kwas (35-38%) do wody.
Np. 10 cm³ stężonego kwasu solnego + 45 cm³ wody daje 55 cm³ kwasu ok. 8%.