**SULFANILAMID**



1. acetanilid
2. chlorek kwasu acetylosulfanilowego
3. amid kwasu acetylosulfanilowego
4. amid kwasu sulfanilowego

***Uwaga: do syntez należy używać wody wodociągowej***

***syntezę prowadzimy z ½ porcji***

**DESTYLACJA ANILINY**



Oczyszczanie substancji za pomocą destylacji polega na przeprowadzeniu jej w stan pary, która po schłodzeniu, z powrotem przechodzi do stanu ciekłego. Warunkiem użycia tej metody oczyszczania jest to, by substancja nie ulegała rozkładowi w temperaturze wrzenia.

Prowadząc destylację należy przestrzegać następujących reguł:

* do montażu zestawu stosować szczelne połączenia szlifowe,
* po zmontowaniu układu zgodnie ze schematem, wlać do kolby destylacyjnej nie więcej niż 2/3 jej objętości, dodając przy tym materiał porowaty np. porcelankę, której obecność zapobiega przegrzaniu roztworu,
* do chłodnicy doprowadzić ciągły obieg wody,
* kolbę destylacyjną ogrzewać bezpiecznym, zamkniętym źródłem ciepła (płaszcz grzejny)
* po zakończeniu zachować kolejność czynności: wyłączyć ogrzewanie, po pewnym czasie chłodzenie, a następnie zlać z odbieralnika destylat.

Destylacja przebiega następująco: po powolnym ogrzaniu zawartości kolby destylacyjnej i pojawieniu się objawów wrzenia w kolbie, słupek rtęci w termometrze unosi się gwałtownie do góry, po czym zatrzymuje się przy określonej temperaturze w punkcie wrzenia. Gdy temperatura ustali się w granicy jednego stopnia, wymieniamy tymczasowo założony odbieralnik (frakcja pierwsza - przegon) na właściwy, a destylat podgrzewamy w dalszym ciągu w takim stopniu, aby w ciągu 1-2 sekund przechodziła jedna kropla. Termometr należy obserwować bez przerwy. Substancja winna być destylowana w granicach 1-2 stopni. W momencie, gdy punkt wrzenia podniesie się poza ustalone granice, usuwamy odbieralnik z zebranym destylatem (frakcja druga – frakcja główna) i wymieniamy go, bez przerywania destylacji, na inny nowy (frakcja trzecia - pogon).

Destylację uważa się za zakończoną, gdy zostaną odebrane potrzebne frakcje lub gdy na dnie kolby pozostaje mało cieczy

WYKONANIE ĆWICZENIA **(WYCIĄG!)**

1. W kolbie okrągłodennej poj. 100cm3 umieścić kolejno: 30 cm3 aniliny, ok. 1g pyłu cynkowego i 2-3 kamyczki porcelanowe.
2. Zmontować zestaw do destylacji frakcyjnej.
3. W szyjce nasadki destylacyjnej umieścić termometr.
4. **Zważyć z korkiem odbieralniki!**
5. Doprowadzić substancję do temp. 184oC i zebrać frakcję wrzącą w tej temperaturze do kolbki ze szlifem (UWAGA! termometr może wskazywać nieznacznie inną temperaturę wrzenia cieczy niż podana w literaturze; przyczyną powyższego mogą być cechy fabryczne termometru - różnica we wskazaniach rzędu kilku stopni - lub inne ciśnienie niż przy literaturowym pomiarze temperatury wrzenia.).
6. Kolbkę z oddestylowaną aniliną zatkać szklanym korkiem.
7. Obliczyć wydajność procesu destylacji wiedząc, że gęstość aniliny wynosi 1,02g/cm3.

**ACETANILID**

Do zlewki pojemności 1dm3 zawierającej 500ml wody wlewa się 18,3ml stęż. kwasu solnego oraz 20,5g (d=1,02 g/cm3) aniliny i miesza się tak długo, aż anilina rozpuści się całkowicie (jeżeli otrzymany produkt jest zabarwiony, dodaje się 3-4g węgla aktywnego i mieszając ogrzewa się do temp. ok. 50oC w ciągu 5min., a następnie sączy się przez sączek karbowany). Do sporządzonego roztworu dodaje się 27,7g świeżo przedestylowanego bezwodnika octowego (d=1.08g/cm3), miesza się do rozpuszczenia i natychmiast wprowadza się wcześniej przygotowany roztwór 33g krystalicznego octanu sodu w 100ml wody. Należy energicznie mieszać i chłodzić w wodzie. Uzyskany osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa niewielką ilością wody, dobrze odsącza, a następnie suszy się na powietrzu. Otrzymuje się surowy acetanilid o temp. topn. 113oC, który poddaje się krystalizacji z ok. 500ml wody, do której dodaje się ok. 10ml etanolu (w celu ułatwienia krystalizacji).

***Właściwości:*** *bezbarwne kryształy o temp. topn. 114oC*

**OCENA CZYSTOŚCI ACETANILIDU**

**metodą chromatografii cienkowarstwowej TLC**

W celu oceny czystości uzyskanego w pierwszym etapie syntezy acetanilidu należy wykonać chromatografię cienkowarstwową zgodnie z poniższymi punktami:

**1.** przeanalizowanie budowy acetanilidu i szeregu eluotropowego rozpuszczalników pod kątem doboru układu rozwijającego do chromatografii cienkowarstwowej,

**2.** rozpuszczenie otrzymanego w I etapie syntezy sulfanilamidu półproduktu – acetanilidu oraz acetanilidu firmy POCh w minimalnej ilości etanolu,

**3.** wykonanie chromatografii cienkowarstwowej:

- naniesienie substancji na płytkę chromatograficzną,

- rozwinięcie chromatogramów w wybranych przez siebie układach,

- wywołanie uzyskanych chromatogramów jodem,

**4.** ocena czystości acetanilidu, półproduktu uzyskanego w I etapie syntezy sulfanilamidu.

Jeżeli chromatogramy wykazują obecność zanieczyszczeń przed przystąpieniem do następnego etapu syntezy należy ponownie wykonać krystalizację.

**CHLOREK KWASU ACETYLOSULFANILOWEGO**

**Uwaga**: *reakcję należy prowadzić pod wyciągiem, w rękawiczkach ochronnych i bezwzględnie w okularach*

Do **suchej!** kolby trójszyjnej pojemności 250cm3 umieszczonej w krystalizatorze na mieszadle magnetycznym, zaopatrzonej w rurkę odprowadzającą wydzielający się w trakcie reakcji chlorowodór oraz termometr wlewa się 80ml kwasu chlorosulfonowego (d=1,75g/cm3). Po ochłodzeniu z zewnątrz lodem do temp. 0oC wprowadza się mieszając, małymi porcjami 30g suchego i dokładnie sproszkowanego acetanilidu. Temperatura mieszaniny reakcyjnej nie powinna w tym czasie przekroczyć 10oC. Po wprowadzeniu całej ilości acetanilidu zawartość kolby ogrzewa się powoli na łaźni wodnej do temp.60oC przez 1 godzinę (z powodu wydzielania się chlorowodoru mieszanina reakcyjna pieni się). Następnie zawartość kolby pozostawia do schłodzenia do temperatury pokojowej.

Produkt reakcji wylewa się powoli cienkim strumieniem, silnie mieszając bagietką, do zlewki na drobno potłuczony lód (ok. 400g). Lód w czasie wprowadzania mieszaniny poreakcyjnej należy dokładnie mieszać w celu uniknięcia miejscowego przegrzania. Wydzielony chlorek kwasu p-acetyloaminobenzenosulfonowego odsącza się na lejku ze szkła spiekanego pod zmniejszonym ciśnieniem i przemywa lodowatą wodą do prawie obojętnej reakcji na papierek wskaźnikowy. Dobrze wyciśnięty osad zawiera 50-60% suchej masy i bez dalszego suszenia i oczyszczania należy **od razu** użyć go do następnego etapu syntezy (amonolizy).

***Właściwości:*** *bezbarwne kryształy o temp. topn. 149o, trudno rozpuszczalne w wodzie i benzenie, łatwo w acetonie i roztworach kwasów*

**AMID KWASU ACETYLOSULFANILOWEGO**

Do erlenmajerki pojemności 500cm3 wlewa się 180ml 20% roztworu amoniaku (d=0.92g/cm3). Całość umieszcza się na wytrząsarce i mieszając zawartość kolby wprowadza się małymi porcjami, w ciągu 1-2 godz., 70g wilgotnego chlorku kwasu p-acetyloaminobenzenosulfonowego, po czym ogrzewa na łaźni wodnej przez 1 godzinę. Mieszaninę reakcyjną pozostawia się do następnych ćwiczeń.

Wydzielony osad amidu odsącza się na lejku ze spiekiem i przemywa zimną wodą destylowaną do zaniku reakcji na chlorki. Wilgotny amid kwasu p-acetyloaminobenzenosulfonowego należy przekrystalizować z wody. **Przesącz** **zawierający wytrącony amid pozostawić do następnych ćwiczeń.**

***Właściwości:*** *temp. topn. 216-217oC; białokremowy proszek trudno rozpuszczalny w zimnej wodzie*

**AMID KWASU SULFANILOWEGO**

Po odsączeniu i zważeniu amidu kwasu acetylosulfanilowego (40g) wilgotny osad umieszcza się w kolbie stożkowej pojemności 250ml, po czym wlewa 90ml wody i 20ml stęż. kwasu solnego. Po założeniu chłodnicy zwrotnej mieszaninę reakcyjną ogrzewa się przez godzinę w łagodnym wrzeniu. Następnie, po dodaniu 0,5g węgla aktywowanego, zawartość kolby ponownie doprowadza do wrzenia i sączy się na gorący roztwór przez sączek karbowany. Do ostudzonego przesączu dodaje się 10% roztworu amoniaku (d=0.96g/cm3)do reakcji obojętnej na papierek uniwersalny. Amid kwasu sulfanilowego wydziela się w postaci krystalicznego osadu. Po odsączeniu pod zmniejszonym ciśnieniem osad przemywa się zimną wodą (ok. 150ml) i suszy w temp. pokojowej lub w suszarce w temp. 40-50oC. Uzyskuje się surowy produkt o temp. topn. 160-161oC, który poddaje się krystalizacji z wody z dodatkiem węgla aktywnego.

***Właściwości:*** *temp. topn. 164-165oC; bezbarwny, biały, krystaliczny osad; rozpuszcza się w 250 cz. wody o temp. pokojowej, 30 cz. 95% etanolu i 4 cz. acetonu*