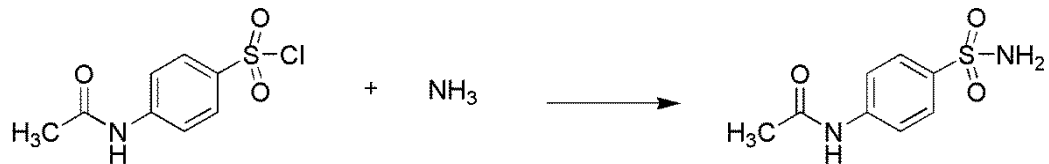


SULFACETAMID – synteza 3 etapowa

N-[(4-Aminofenylo)-sulfonylo]-acetamid

Etap 1. Synteza amidu kwasu acetylosulfanilowego**Odczynniki**

9,3 g (0,04 mola) chlorku kwasu acetylosulfanilowego

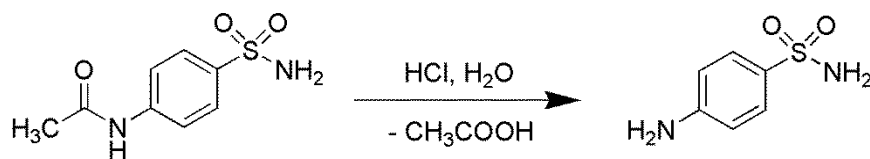
25,0 ml 20% r-r amoniaku

Wykonanie preparatu

Do kolby dwuszyjnej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w mieszadło wlewa się roztwór amoniaku i mieszając wprowadza małymi porcjami w ciągu 2 h chlorek kwasu acetylosulfanilowego, po czym ogrzewa na łaźni wodnej przez 1 h. Po oziębieniu odsącza się wydzielony osad na lejku Büchnera i przemywa kilkakrotnie zimną wodą. Wydajność: ok 77%.

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 219 °C, trudno rozpuszczalne w zimnej wodzie, łatwo rozpuszczalne w acetonie i etanolu.

Etap 2. Synteza sulfanilamidu (amidu kwasu sulfanilowego)**Odczynniki**

5,0 g (0,023 mola) acetylosulfanilamidu

15,0 ml 15% kwasu solnego

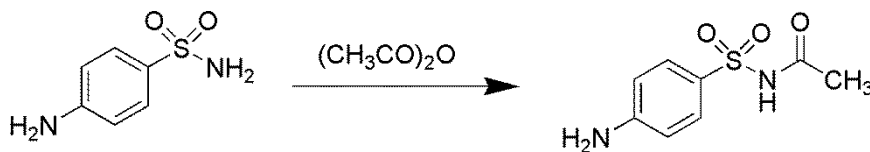
q.s. 10% amoniak

Wykonanie preparatu

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 ml gotuje się acetylosulfanilamid z kwasem solnym pod chłodnicą zwrotną przez 30 min. Następnie dodaje się węgla aktywnego, sączy przez sączonek karbowany, a przesącz zobojętnia 10% amoniakiem. Wydziela się surowy sulfanilamid, który odsącza się na lejku Büchnera i przekryształizowuje z wody. Wydajność: ok. 75%.

Właściwości

Bezbarwne kryształy wrażliwe na światło o t.t. 164-165 °C, trudno rozpuszczalne w zimnej wodzie, łatwiej w gorącej, łatwo rozpuszczalne w etanolu i roztworach kwasów i zasad.

Etap 3. Synteza N-[(4-aminofenylo)-sulfonylo]-acetamidu**Odczynniki**

- 4,3 g (0,025 mola) sulfanilamidu
3,0 g (0,075 mola) wodorotlenku sodu
4,1 g (0,04 mola) bezwodnika kwasu octowego (d = 1.08 g/ml)
q.s. 10% kwas solny
q.s. etanol (do krystalizacji)

Wykonanie preparatu

W kolbie stożkowej o pojemności 50 ml rozpuszcza się wodorotlenek sodu w 5 ml wody, dodaje sulfanilamid i do otrzymanej zawiesiny wkrapla bezwodnik kwasu octowego. Po zamknięciu korkiem wytrząsa się zawartość kolbki przez 15 min w temperaturze pokojowej. Po dodaniu 13 ml wody wkrapla się powoli 10% kwas solny do pH 8. Po 1 h odsącza się wydzielony osad nieprzereagowanego sulfanilamidu, a przesącz zakwasza się 10% kwasem solnym do pH 4, wytracając sulfacetamid. Osad odsącza się na lejku Büchnera, przemywając dwukrotnie 5 ml wody i suszy w temperaturze 60 °C. Surowy produkt przekrystalizowuje się z 30% etanolu. Wydajność: ok. 60%.

TLC

toluen : aceton (7 : 3)


Właściwości:

Bezbarwne kryształy o t.t. 180-182 °C, trudno rozpuszczalne w zimnej wodzie, łatwo rozpuszczalne w etanolu i acetonie. Tworzy łatwo rozpuszczalna w wodzie sól sodową.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNEJ


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 ochronne, rękawiczki

2. Bezwodnik kwasu octowego

CAS: 108-24-7
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: intensywny

Symbol	 GHS02, GHS05, GHS06
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H225 - Łatwopalna ciecz i pary H302 - Działa szkodliwie po połknięciu H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu H330 - Wdychanie grozi śmiercią
środki ostrożności	P210 - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrzenia/

	<p>otwartego ognia/ gorących powierzchni. Palenie wzbronione</p> <p>P260 - Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy</p> <p>P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy</p> <p>P304+P340+P310- W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: Wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić warunki do odpoczynku w pozycji umożliwiającej swobodne oddychanie. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem</p> <p>P351+P338+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</p> <p>P370+P378 - W przypadku pożaru: Użyć środka gaśniczego, właściwego do otaczającego ognia.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


3. Chlorek kwasu acetylosulfanilowego

CAS: 121-60-8
Postać: proszek
Barwa: jasno szary
Zapach: brak dostępnych danych

Symbol	<p>GHS05, GHS07</p>
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	<p>H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu.</p> <p>H335 - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.</p>
środki ostrożności	<p>P261 - Unikać wdychania pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy.</p> <p>P280 - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy.</p> <p>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.</p> <p>P310 - Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.</p>
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/ iskrenia/ 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 solny stężony

Nr CAS: 7647-01-0
Postać: ciecz
Barwa: jasno żółty
Zapach: gryzący

Symbol	 GHS05, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	H290 - Może powodować korozję metali. H314 - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. H335 - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
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/prysznicem. P304 + P340 + P310 - W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO

	<p>DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić mu warunki do swobodnego oddychania. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem.</p> <p>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.</p>
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki


6. Sulfanilamid

Nr CAS:	63-74-1
Postać:	ciało stałe
Barwa:	bezbarwny
Zapach:	brak dostępnych danych

Nie jest substancją lub mieszaniną niebezpieczną zgodnie z rozporządzeniem (WE) 1272/2008. Ta substancja nie została sklasyfikowana jako niebezpieczna zgodnie z dyrektywą 67/548/EWG.

7. Wodorotlenek sodu

CAS:	1310-73-2
Postać:	ciało stałe
Barwa:	białe
Zapach:	bez zapachu

Symbol	 <p>GHS05</p>
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