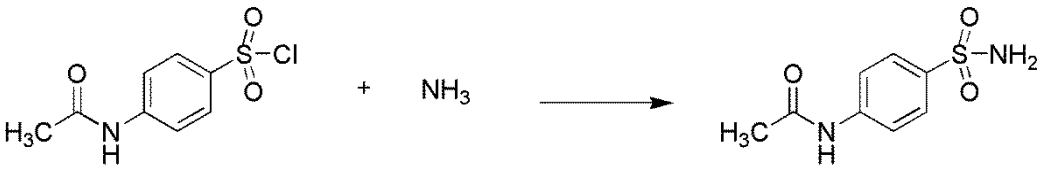
SULFACETAMID – synteza 3 etapowa

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

Etap 1. Synteza amidu kwasu acetylosulfanilowego



Odczynniki

9,3 g	(0,04 mola)	chlorek kwasu acetylosulfanilowego
25,0 ml		20% r-r amoniaku

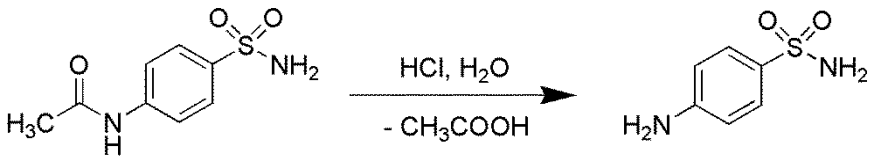
Wykonanie preparatu

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.

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)	acetylosulfanilamid
15,0 ml		15% kwas solny
q.s.		10% r-r amoniaku

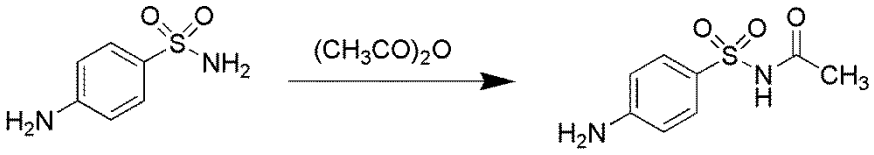
Wykonanie preparatu

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

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)	sulfanilamid
3,0 g	(0,075 mola)	wodorotlenek sodu
4,1 g	(0,04 mola)	bezwodnik 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 oczyszcza się przez krystalizację z 30% etanolu.

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/ 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 **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 **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 **P370+P378** - W przypadku pożaru: Użyć środka gaśniczego, właściwego do otaczającego ognia.
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	 GHS05, GHS07
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H314** - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu. **H335** - Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
środki ostrożności	**P261** - Unikać wdychania 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. Nadal płukać. **P310** - Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.
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 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 DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić mu warunki do

	swobodnego oddychania. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/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. Nadal płukać.
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	 GHS05
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