

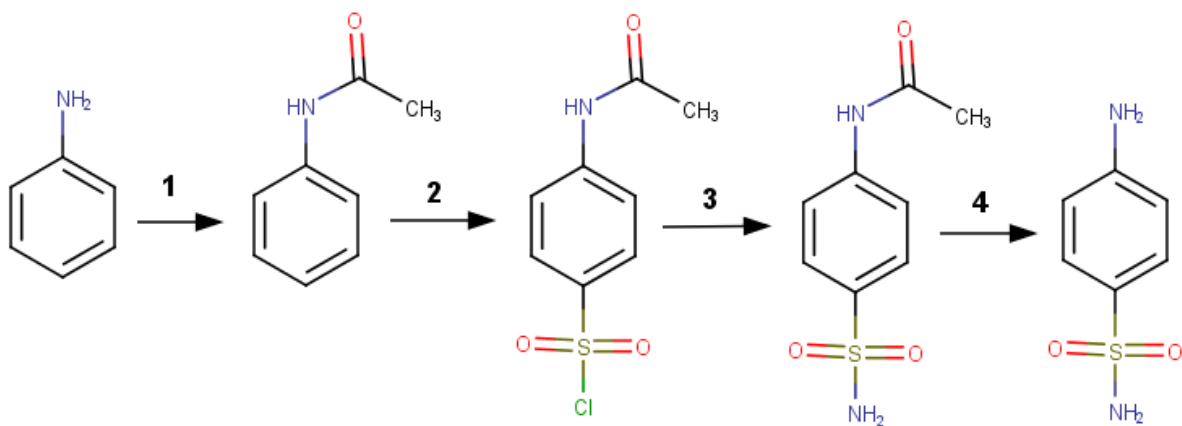
# Syntese af Sulfanilamid

## Formål:

Formålet med denne øvelse er at fremstille antibiotikumet sulfanilamid.

## Teori:

Syntesen af antibiotikumet sulfanilamid tager udgangspunkt i stoffet anilin. Syntesen foregår over fire trin:



Slutproduktet skal senere testes på bakterier for at undersøge antibiotikaeffekten.

## 1. Syntese af acetanilid ud fra anilin.

Første trin er en acetylering af aminogruppen. På denne måde beskyttes gruppen mod at indgå i nogle af de følgende reaktioner.

Kemikalier:

Anilin

HCl (0,4 M)

Natriumacetat

Eddikesyreanhydrid

Udførelse:

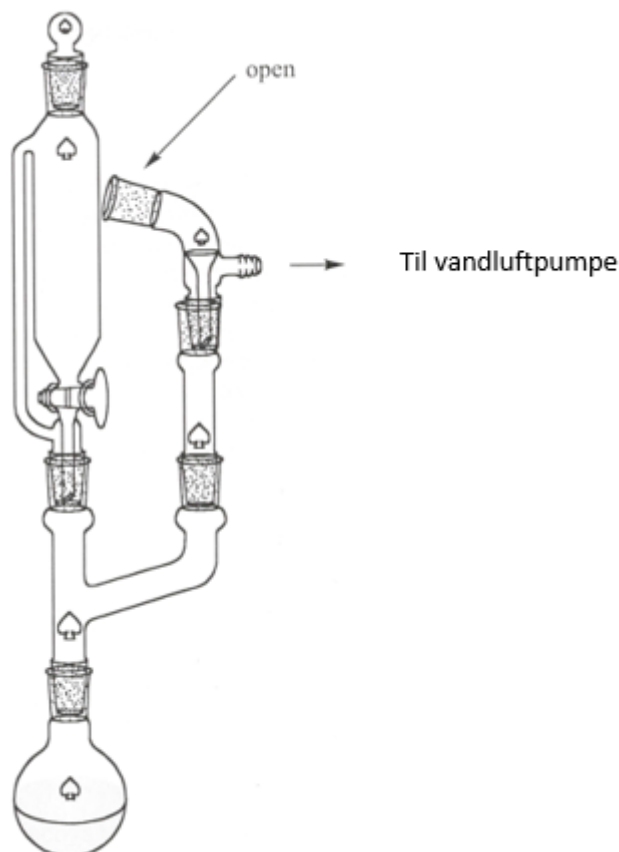
Afmål 250 mL 0,4 M saltsyreopløsning i en 500 mL konisk kolbe. Tilsæt 10 mL anilin og opvarm blandingen til 50 °C i et vandbad under omrøring (håndtering af anilin sker i stinkskab iført handsker). Mens blandingen

varmes op, fremstilles en opløsning af natriumacetat ved at afveje 18 g natriumacetat-vand (1/3) og opløse det i 60 mL vand.

Når anilin/saltsyreopløsningen er opvarmet til 50 °C tilsættes 13 mL eddikesyreanhydrid under kraftig omrøring. Straks efter tilsættes de 60 mL natriumacetatopløsning. Blandingen køles i isbad og der røres i blandingen til produktet er helt bundfældet (skrab evt. på bunden af kolben med en glasspatel. Det fremmer udfældningen).

Produktet opsamles ved sugefiltrering. Produktet skylles med lidt iskold vand og tørres. Det tørrede produkt vejes og udbytteprocent bestemmes.

## 2. Syntese af 4-



## acetamidobenzensulfonylchlorid

Andet trin er en elektrofil aromatisk substitution. Der sættes en chloresulfongruppe på benzenringen i para-position. **Dette trin skal foregå i stinkskab og der skal bruges handsker.**

### Kemikalier:

Chloresulfonsyre

### Udførelse:

Det tørrede produkt fra 1 overføres til en ren tør 250 mL tohalset rundbundet kolbe og der tilføres en magnetsten. Saml opstillingen som vist på billedet til højre. Placer den rundbundede kolbe i et vandbad ved 10-15 °C på en magnetomrører og start omrøringen.

Afmål 25 mL chloresulfonsyre og overfør til tildrypningstragten. Der tændes for vandluftpumpen, så eventuelt dannet HCl (g) fanges i vandet.

Nu tilføres al chloresulfonsyre på en gang. Der skrues op for omrøringen indtil den exoterme reaktion er forløbet til ende og acetanilid (stort set) er opløst.

Herefter udskiftes vandbadet med et vandbad på 70-80 °C. Blandingen opvarmes i dette bad i 20 minutter for at få reaktionen til at forløbe.

Reaktionsblandingen køles nu ned til stuetemperatur i et isbad. Mens kolben afkøles, anbringes et 1 L bægerglas med 300 mL isvand på magnetomrøreren.

Når blandingen har nået stuetemperatur eller derunder, hældes indholdet af kolben langsomt og forsigtigt ned bægerglasset med isvand under omrøring. Hvis der dannes klumper af stof i isvandet, skal disse så vidt muligt brydes op med en glasspatel.

Filtrer det dannede produkt fra ved sugefiltrering. Skyl produktet med iskold vand indtil stoffet er pH-neutralt. Stoffet tørres ved at det ligger under sugefiltrering i et par minutter. Det dannede produkt anvendes umiddelbart til næste trin i syntesen.

### 3. Syntese af 4-acetamidobenzensulfonamid

I dette trin erstattes chloratomet på sulfogruppen af en amin.

#### **Kemikalier:**

Koncentreret ammoniakvand

#### **Udførelse:**

Produktet fra 2 overføres til en 250 mL konisk kolbe og der tilsættes 45 mL koncentreret ammoniakvand. Eventuelt dannede klumper brydes op med en glasspatel og reaktionsblandingen opvarmes til 70-80 °C i 30 minutter. Herefter køles blandingen ned i isbad og produktet opsamles ved sugefiltrering. Produktet tørres og der foretages udbyttebestemmelse.

### 4. Syntese af sulfanilamid

I dette sidste trin af syntesen fjernes den beskyttende gruppe, vi satte på i trin 1 for at få dannet det aktive antibiotikum.

#### **Kemikalier:**

Koncentreret saltsyre

NaHCO<sub>3</sub>

**Udførelse:**

Overfør produktet fra 3 til en 250 mL rundbundet kolbe med slib. Tilsæt en magnetsten. Tilsæt nu 15 mL vand og 5 mL koncentreret HCl. Kolben påsættes et kølerør og blandingen opvarmes forsigtigt til kogepunktet under konstant omrøring i 30-45 minutter. Herefter afkøles blandingen langsomt til stuetemperatur. Hvis der dannes fast stof under denne afkøling, er det tegn på, at reaktionen ikke har forløbet færdigt. Hvis det sker koges blandingen atter i ca. 15 minutter inden den afkøles. Hvis blandingen ikke er klar (men brunfarvet) tilsættes der 2 g aktivt kul. Herefter varmes opløsningen atter op til kogepunktet og herefter filtreres den varme opløsning gennem et filterpapir. Væsken der løber igennem køles atter ned.

Når blandingen har nået stuetemperatur, tilsættes ca. 8 g natron i portioner for at neutralisere den overskydende syre. Når blandingen holder op med at boble ved tilsætning af natron, testes pH i blandingen. Der tilsættes yderligere natron til blandingen er neutral eller svagt basisk. Den nu neutrale blanding afkøles i isbad.

Det dannede bundfald frafiltreres ved sugefiltrering, skylles med lidt iskold vand og tørres. Der foretages udbytteberegning og produktet gemmes til testning på bakterier. Renheden bestemmes ved smeltepunktsbestemmelse.