

Herstellung von 4-Aminobenzolsulfonsäure (Sulfanilsäure)

Laufende Laborversuch-Nr.: 8

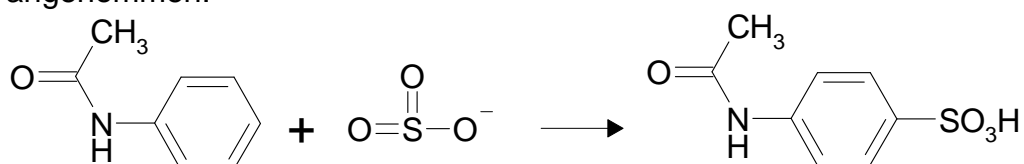
1.0 Ansatzgröße

Einsatz : 41 ml Essigsäureanhydrid (102,09 g/mol)
 Conc. H₂SO₄ (98,07g/mol) w=0.98
 15 g Acetanilid (135,17 g/mol) = 0,111 mol
 conc. Salzsäure (36,56 g/mol) w=0.37
 H₂O, Ethanol

2.0 Reaktion und Mechanismus

Sulfonierung

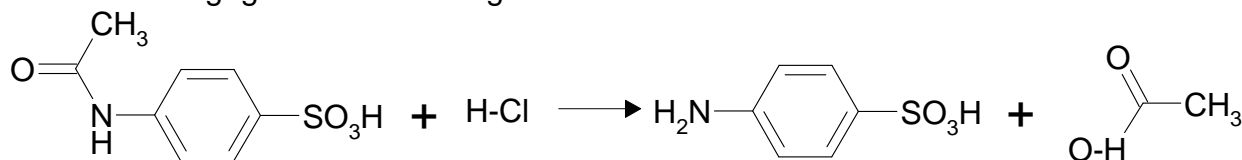
Bei dieser Reaktion handelt es sich um eine elektrophile aromatische Substitution. Bei der Sulfonierung am Aromaten ein aromatisch gebundenes Wasserstoffatom durch ein elektrophiles Reagenz, in unserem Fall H₂SO₄ ersetzt. Die gebräuchlichsten Sulfonierungsmittel sind 70- bis 100%ige Schwefelsäure und Oleum mit verschiedenem SO₃-Gehalt. Sowohl das freie Schwefeltrioxid als auch das HSO₃⁺-Kation werden als die eigentlichen sulfonierenden Reagenzien angenommen:



Die Acetamid-Gruppe an dem Acetanilid ist ein Substituent „erster Ordnung“, deshalb dirigiert der zweite Substituent vorwiegend in o- und p- Stellung, wobei in unserem Fall aus sterischen Gründen die p-Stellung bevorzugt wird.

Amidspaltung

Die Acyl-Gruppe wird durch eine saure Hydrolyse in der Hitze abgespalten. Man erhält aus dem Carbonsäureamid eine Carbonsäure und die Sulfanilsäure. Diese saure Spaltung wird im wässrigem Medium mit conc Salzsäure die im Überschuß zugegeben wird durchgeführt:

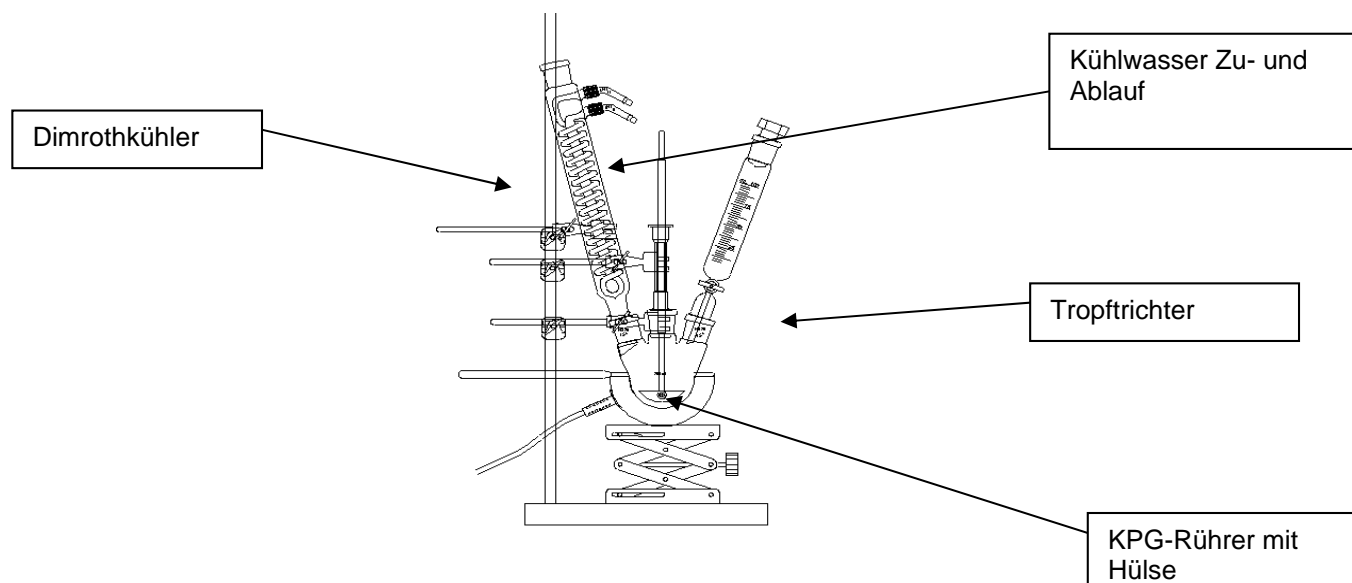


3.0 Geräte und Apparatives

Geräte:

Rundkolben, Tropftrichter, Magnetrührer, Dimrothkühler, Hebebühne, Scheidetrichter, Becherglas (klein), Messzylinder, Thermometer, Stativ und

Klammern, Korkringe, Faltenfilter, Trichter, Nutsche und Saugflasche,
 Vakuumschlauch, Becherglas (groß)
 Aufbau der Rühr- und Destillationsapparatur:



4.0 Versuchsdurchführung

Sulfonierung

In einer 250 ml Dreihalskolben-Rührapparatur wurden 41 mL Essigsäureanhydrid vorgelegt. Unter ständiger Eiskühlung und gutem Rühren wurden 7 mL conc. Schwefelsäure ($w=0.96$) so zugetropft das die Temperatur nicht über $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ angestiegen ist. Es wurde kurze Zeit nachgerührt (ca. 10 bis 15 min). Anschließend wurde unter ständigem Rühren 15,0 g trockenes Acetanilid, zügig zugegeben. Das Acetanilid stammt aus eigener Herstellung von einem vorherigem Versuch. Diese Mischung wurde langsam unter Rühren mit dem Wasserbad auf $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ erwärmt und 15 bis 20 min bei dieser Temperatur gehalten.

Amidspaltung

Nach Ende der Reaktionszeit wurde wieder auf $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ abgekühlt und das ausgefallene Produkt auf einer Porzellannutsche die mit einem Papierfilter belegt war abgesaugt und mit etwas Wasser scharf abgesaugt. Das rohe 4-Sulfacetanilid wurde in den Kolben zurückgegeben und mit 50 mL Wasser aufgeschlämmt und unter Rühren zum Sieden erhitzt. Die kochende Mischung wurde innerhalb von 5 min mit ca. 17 mL Salzsäure ($w=0.37$) versetzt und 15 min am Rückfluß rühren lassen.

Isolierung

Wieder wurde das Reaktionsgemisch auf $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ abgekühlt und das auskristallisierte, weiße Produkt nach kurzem ausrühren scharf abgesaugt, wobei zum Nachspülen nur mit Mutterlauge gearbeitet wurde (Wasser hätte sicherlich einen Teil der Sulfanilsäure vom der Nutsche heruntergelöst). Der Filterkuchen wurde 2* mit 15 mL Ethanol gewaschen und auf Filterpapier getrocknet. Nach ca. 30 bis 45 min war das Produkt an der Luft getrocknet. Das erhaltene Rohprodukt wurde feucht ausgewogen und das Gewicht von Herrn Bader notiert. Von dieser Sulfanilsäure wurden 3.0 g in der Methylorangesynthese weiterverarbeitet.

5.0 Ausbeutebestimmung

Als Berechnungsgrundlage dient die theoretische Ausbeute von Sulfanilsäure bezogen auf den Einsatz von 15,0 g oder 0,11 mol Acetanilid bei einer Annahme von 100% Umsatz zu 0,11 mol Sulfanilsäure; dies entspricht bei der Molmasse von 173,19 g/mol = 19,05 g

Berechnung der Ausbeute in %:

$$\text{Auswaage} = \text{_____ g}$$

$$\text{Ausbeute} = \frac{\text{Auswaage (g)} * 100\%}{\text{Theoretische Ausbeute (g)}} = \frac{\text{_____ g} * 100\%}{19,05 \text{ g}}$$

$$\text{Ausbeute} =$$

6.0 Sicherheitsdaten

Stoff	Gefahrenbezeichnung g	R-Sätze	S-Sätze
Sulfanilsäure	Xn	36/38-43	24-36
Acetanilid	Xn	22	
Salzsäure, conc	C	34-37	2-26
Schwefelsäure, conc	C	35	2-26-30
Ethanol	F	11	7-16
Essigsäureanhydrid	C	10-34	26

Zusätzliche Angaben zu den verwendeten Chemikalien:

Sulfanilsäure: geruchloses, weißes Salz bei normalem Umgang im Labor gefahrlos

Acetanilid: weißes Kristallinat, charakteristischer Geruch, bei normalem Umgang im Labor gefahrlos

Ethanol: leichtentzündliche Flüssigkeit, in niedrigen Konzentrationen berauschend

Essigsäureanhydrid: Ätzend. Schon bei kurzer Zeit wird die Haut angegriffen

Salzsäure: s.o.

Schwefelsäure: s.o.

7.0 Literaturquellen

Laborvorschrift

Sicherheitsdatenblätter

Organikum, org.-chemisches Grundpraktikum