

Aufgabe Pos. 2: Synthese

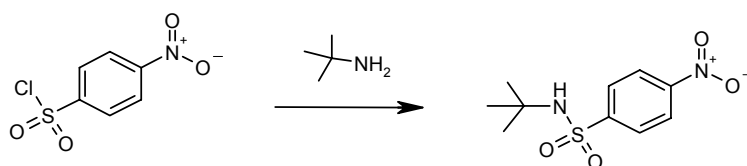
Methode:

Herstellung eines Sulfonamids aus einem Sulfonylchlorid und dem entsprechenden Amin.

Einleitung:

4-Nitro-benzolsulfonylchlorid wird mit tert. Butylamin in Toluol und Tetrahydrofuran bei Raumtemperatur zum entsprechenden Sulfonamid umgesetzt. Das Produkt wird in Essigsäureethylester aufgenommen und der Aminüberschuss mit HCl entfernt. Das Rohprodukt wird in Cyclohexan aufgeschlämmt, abfiltriert und getrocknet. Der Reaktionsverlauf und die Reinheit des Produktes werden mittels Dünnschichtchromatografie kontrolliert.

Prinzip:



Reagenzien:

4-Nitro-benzolsulfonylchlorid
tert. Butylamin (d = 0.693 g/mL)
Toluol getrocknet
Tetrahydrofuran getrocknet
Salzsäure conc.
Sole (NaCl-Lösung ges.)
Essigsäureethylester
Cyclohexan

Sicherheit / Ökologie:

Es sind die geeigneten Sicherheitsmassnahmen zu treffen und alle Arbeiten in der Kapelle durchzuführen.

Arbeitsvorschrift:

In einer geeigneten Apparatur mit Trockenrohr werden 27.0 mmol tert. Butylamin in 15 mL Toluol vorgelegt. Bei 0-5 °C werden innert 30 Min. 9.0 mmol 4-Nitro-benzolsulfonylchlorid in 10 mL Tetrahydrofuran zugetropft. Anschliessend auf Raumtemperatur ansteigen lassen und max. 3h nachrühren bis die Reaktion beendet ist. (DC Kontrolle: 0.1 mL der Reaktionslösung zwischen 2 mL H₂O und 1 mL Essigsäureethylester verteilen und organische Phase für DC auftragen). Anschliessend wird das Reaktionsgemisch auf eine Mischung von 20 g Eis, 20 mL H₂O und 5 mL Salzsäure conc. gegossen und mit Essigsäureethylester extrahiert, 3x mit H₂O und 1x mit Sole gewaschen. Über Na₂SO₄ getrocknet und eingedampft. Das Rohprodukt wird in Cyclohexan aufgeschlämmt, abfiltriert und bei ca. 50°C im Trockenschrank getrocknet.

Vom getrockneten Produkt wird der Schmelzpunkt bestimmt und eine Reinheitskontrolle mittels Dünnschichtchromatogramm auf POLYGRAM SIL G (40x80 mm), Laufmittel: Toluol / Essigsäureethylester (2:1), durchgeführt.

Produkteabgabe:

Produkt getrocknet, DC-Platten (Reaktions- und Reinheitskontrolle) und Protokoll.