



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204726
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 11 07 79

(21) (PV 4855-79)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 29 10 82

(51) Int. Cl.³
G 01 N 31/00

(75)

Autor vynálezu

DOSKOČILOVÁ ALENA ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob stanovení p-acetylaminobenzensulfochloridu

Vynález se týká způsobu stanovení p-acetylaminobenzensulfochloridu ve směsi s kyselinami p-aminobenzensulfonovou, p-acetylaminobenzensulfonovou, chlorovodíkovou a sírovou.

p-Acetylaminobenzensulfochlorid je průmyslově vyráběný meziprodukt syntézy sulfonamidů, chemiterapeutik s antibakteriální účinností. Jednou z používaných výrobních metod p-acetylaminobenzensulfochloridu je reakce acetanilidu s kyselinou chlorsulfonovou, při které vzniká a přechází do surového produktu proměnlivé množství kyseliny p-aminobenzensulfonové, p-acetylaminobenzensulfonové chlorovodíkové a sírové.

Aby bylo možno vyrábět p-acetylaminobenzensulfochlorid ve vyhovující kvalitě, bylo nutno vypracovat vhodnou analytickou metodu k hodnocení p-acetylaminobenzensulfochloridu v surovém produktu, který obsahuje při reakci vzniklé kyseliny p-aminobenzensulfonovou, p-acetylaminobenzensulfonovou, chlorovodíkovou a sírovou. Doposud byl p-acetylaminobenzensulfochlorid stanovován v provozním vzorku surového produktu tak, že se vzorek za studena rozmíchal s vodou a stanovila se kyselost titrací roztokem hydroxidu sodného za použití methylčerveně jako indikátoru bodu ekvivalence. Potom se směs zahřívala do rozpuštění veškeré látky a po hydrolyze

p-acetylaminobenzensulfochloridu bylo provedeno stanovení titrací roztokem hydroxidu sodného.

Nevýhodou této metody je chyba způsobená tím, že se p-acetylaminobenzensulfochlorid již při stanovení kyselosti částečně hydrolyzuje a znemožňuje tak přesné určení bodu ekvivalence.

Ve snaze odstranit tuto chybu a získat provozně použitelnou analytickou metodu byl podle vynálezu vypracován způsob stanovení p-acetylaminobenzensulfochloridu ve směsi s kyselinami p-aminobenzensulfonovou, p-acetylaminobenzensulfonovou, chlorovodíkovou a sírovou v substanci surového produktu vzniklého reakcí acetanilidu s kyselinou chlorsulfonovou, jehož podstata spočívá v tom, že se vzorek výchozí substance rozpustí v acetonu, nerozpuštěné kyseliny p-aminobenzensulfonová a p-acetylaminobenzensulfonová se oddělí, ve filtrátu se stanoví kyselina chlorovodíková a sírová titrací roztokem hydroxidu sodného za použití methylčerveně jako indikátoru bodu ekvivalence. Potom se k roztoku přidá voda a po hydrolyze p-acetylaminobenzensulfochloridu se provede stanovení potenciograficky titrací roztokem hydroxidu sodného na skleněnou a nasycenou kalomelovou elektrodu.

Za uvedených podmínek se stanoví pouze p-acetylaminobenzensulfochlorid, takže ru-

šivý vliv kyselin p-aminobenzensulfonové, p-acetylaminobenzensulfonové, chlorovodíkové a sírové byl odstraněn.

Způsob podle vynálezu je jednoduchý a dobře reprodukovatelný, snadno realizovatelný pomocí běžně dostupných činidel a vhodný pro provozní podmínky.

Příklad provedení

Naváží se kolem 1000 mg vzorku surového p-acetylaminobenzensulfochloridu do 50 ml kádinky a rozpustí se v 10 ml acetonu. Roztok se kvantitativně zfiltruje přes suchý fil-

trační papír do suché varné baňky. Kádinka se ještě několikrát vypláchne acetonem. Filtrát se titruje 0,1 N roztokem hydroxidu sodného za použití methylčerveně jako indikátoru bodu ekvivalence. Potom se k roztoku přidá 80 ml vody a vaří se pod zpětným chladičem 15 minut. Po ochlazení se roztok titruje potenciograficky 0,5 N roztokem hydroxidu sodného na skleněnou a nasycenou kalomelovou elektrodu.

1 ml 0,5 N roztoku hydroxidu sodného odpovídá 58,42 mg p-acetylaminobenzensulfochloridu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení p-acetylaminobenzensulfochloridu ve směsi s kyselinami p-aminobenzensulfonovou, p-acetylaminobenzensulfonovou, chlorovodíkovou a sírovou v substanci surového produktu vzniklého reakcí acetanilidu s kyselinou chlorsulfonovou, vyznačující se tím, že se vzorek výchozí substance rozpustí v acetonu, nerozpuštěné ky-

seliny p-aminobenzensulfonová a p-acetylaminobenzensulfonová se oddělí, ve filtrátu se titrací roztokem hydroxidu sodného stanoví kyseliny chlorovodíková a sírová, načež se v roztoku přítomný p-acetylaminobenzensulfochlorid hydrolyzuje a stanoví titrací roztokem hydroxidu sodného za potenciografické indikace.