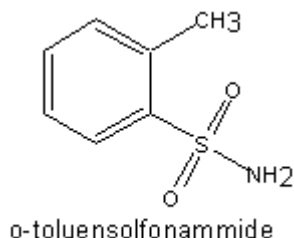


## SINTESI DELLA SACCARINA (o-benzoilsulfonimide)

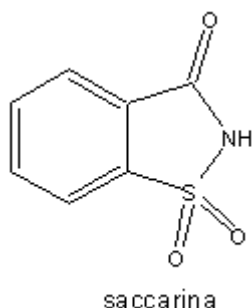
### REAZIONI:

#### COMPOSTI INIZIALI:



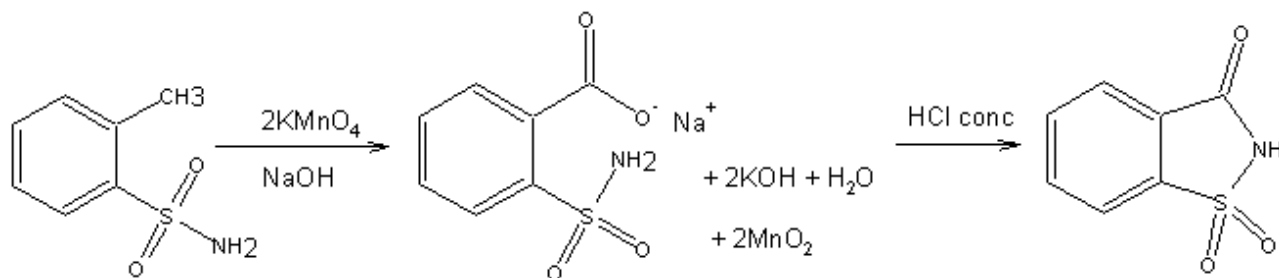
Formula molecolare =  $C_7H_9NO_2S$   
 Massa molare = 171,218  
 Densità = 1,271 +/- 0,06 g/cm<sup>3</sup>  
 Indice di rifrazione = 1,564 +/- 0,02  
 R45-20/21/22-36/37/38; S45-26-36/37/39

#### COMPOSTI FINALI:



Formula molecolare =  $C_7H_5NO_3S$   
 Massa molare = 183,186  
 Densità = 1,557 +/- 0,06 g/cm<sup>3</sup>  
 Indice di rifrazione = 1,631 +/- 0,02  
 p.f. = 228 °C  
 R25; S36/37/39-45

#### REAZIONE:



#### TAVOLE DEI REATTIVI

o-toluensulfonamide	PM 171,21	2,24 g	13,1 mmoli	Cas 88-19-7	R45-20/21/22-36/37/38; S45-26-36/37/39
KMnO <sub>4</sub> solido	PM 158,02	3,2 g	20,25 mmoli 10,125 le mmoli reagite	Cas 121-57-3	R8-25-34; S17-45-26-36/37/39
NaOH		0,78 g	25 mmoli		R35; S26-37/39-45

## PROCEDIMENTO:

- Ossidazione: In un pallone da 100 ml unire la solfonammide a 35 ml di acqua in cui è stata sciolta la NaOH solida. Scaldare a 35-40°C (ricadere e agitatore magnetico efficiente) fino ad ottenere una soluzione (ca. 30 minuti). Unire quindi a piccole porzioni il permanganato solido, tenendo la miscela sotto forte agitazione (dilazionare l'aggiunta per una-due ore), poi lasciare a sé una notte.
- Filtrazione chiusura dell'imide: Filtrare il biossido di manganese e decolorare il filtrato aggiungendo poco sodio bisolfito solido. Neutralizzare esattamente il filtrato con HCl diluito (1:10 dal concentrato) utilizzando il metilarancio come indicatore (se si ha del precipitato filtrarlo). Trattare quindi il filtrato con HCl concentrato fino a completa precipitazione della sacarina. Lasciare a sé per circa 30', poi filtrare il prodotto lavandolo con H<sub>2</sub>O.
- Cristallizzazione: Si cristallizza da acqua e si determina il punto di fusione.

## CONSIDERAZIONI PRATICHE

L'aggiunta di permanganato è una reazione esotermica di conseguenza è fortemente consigliato fare piccole aggiunte per volta nell'arco di 2 ore in modo da lasciare disperdere il calore accumulato che potrebbe portare alla degradazione del reagente. Il riscaldamento della solfonammide serve per solubilizzarla in quanto a freddo non si scioglie.

Alla fine delle aggiunte, dopo un riposo notturno (della soluzione!!), la miscela reagita presentava un forte colore violaceo, con una sospensione consistente di biossido di manganese IV. La separazione di quest'ultimo è stata difficoltosa in quanto all'aggiunta di Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> si è osservata la formazione di altri flocculi di manganese ridotto. Per eliminarli la soluzione è stata filtrata ben tre volte fino ad ottenerne una trasparente e limpida. La sacarina che ottenuta è risultata fortemente colorata di rosa, con ogni probabilità la colpa è del metilarancio che è cristallizzato insieme al prodotto.

Il problema della colorazione si sarebbe potuto evitare utilizzando un elettrodo per la misura del pH, evitando così di aggiungere sostanze estranee alla soluzione.

Il metilarancio probabilmente è stato asciugato male sfalsando la determinazione del punto di fusione, infatti nella sacarina cristallizzata ho rilevato un p.f. di 206 °C quando dovrebbe essere di 228 °C.