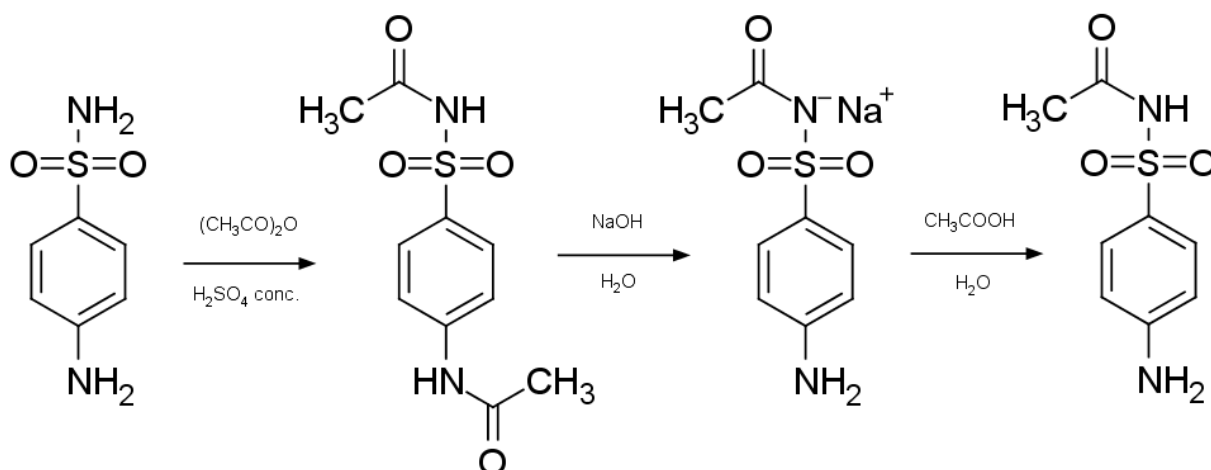


1c SULFACETAMID (N^1 -acetylsulfanilamid)

Pro účely praktických cvičení se sulfacetamid připravuje acetylací sulfanilamidu nadbytkem acetanhydridu za katalýzy kyselinou sírovou a následně se vzniklý diacetylderivát podrobí selektivní parciální deacetylaci 2,5 M roztokem hydroxidu sodného, přičemž dojde primárně k hydrolyze pouze jedné acetylové skupiny – té, která je vázána na aromatickou aminoskupinu. Hydrolyzou připravená sodná sůl sulfacetamidu se okyselením na pH 4 – 5 převede na volný sulfacetamid, který se po rekrystalizaci z roztoku sráží v podobě bílé vločkovité sraženiny.



1. N -(4-ACETAMIDOENZENSULFONYL)ACETAMID (N^1, N^4 -diacetylsulfanilamid)

Chemikálie:

Sulfanilamid	[172,20]	0,05 mol	1,0 ekv(ivalentu)
Acetanhydrid	[102,09]	0,2425 mol	4,85 ekv. $\rho = 1,08$ g.ml

-1

Příprava:

Do varné baňky s magnetickým míchadlem se naváží 50 mmol sulfanilamidu a k němu se opatrně přidá 242,5 mmol acetanhydridu. Vzniklou suspenzi je potřeba neustále jemně míchat krouživými pohyby, aby neztvrdla na pevnou masu. Následně se přidají 4 kapky koncentrované kyseliny sírové (POZOR! Množství se nesmí překročit, jinak směs začne postupně černat) a směs se zahřívá 1 hodinu pod zpětným chladičem v olejové lázni do varu.

Po ukončení zahřívání se baňka zchladí pod tekoucí vodou, přidá se do ní cca 40 ml studené vody, uzavře se dobře těsnící zátkou a minutu se důkladně protřepává, čímž dojde ke vzniku bílé suspenze. Ta se odsaje na Büchnerově nálevce a baňka se dvakrát propláchne destilovanou vodou a výplachem se promyje sraženina na filtru. Připravený vlhký meziprodukt se bez čištění použije v druhém kroku.

2. SULFACETAMID (N-(4-aminobenzensulfonyl)acetamid)

Chemikálie:

N-(4-acetamidobenzensulfonyl)acetamid	[256,28]	cca 0,05 mol; 1,0 ekv.
Hydroxid sodný	[40,00]	50 ml 2,5 M roztoku
Kyselina octová	[60,05]	50% roztok

Příprava:

V baňce se rozsuspenduje připravený N-(4-acetamidobenzensulfonyl)acetamid v 50 ml 2,5 M roztoku hydroxidu sodného, přidá se magnetické míchadlo a směs se zahřívá 1 hodinu pod zpětným chladičem v olejové lázni do varu.

Po 1 hodině se baňka zchladí pod tekoucí vodou, reakční směs se přelije do kádinky a baňka se vypláchne destilovanou vodou. Za stálého míchání tyčinkou se roztok v kádince neutralizuje 50% kyselinou octovou (< 10 ml) na pH 4 až 5 (na univerzální indikátorový papírek). Objem roztoku se doplní na cca 80 ml a za stálého míchání tyčinkou se zahřívá na vařiči až k varu. V případě, že je roztok hnědý, nebo že se za studena vylučovali nahnědlé pryskyřičnaté kousky na stěnách kádinky, tak se přidá ještě malé množství aktivního uhlí a za stálého míchání se vzniklá suspenze povaří přibližně 2 minuty. Potom se roztok za horka zfiltruje přes skládaný filtrační papír do kádinky. Filtrát se ochladí v ledové lázni a třením tyčinky o dno kádinky se inicializuje krystalizace. Pro maximalizaci výtěžku je vhodné zchladit filtrát pod 10 °C (dát na 5 minut do mrazničky). Vzniklá bílá vločkovitá sraženina se odsaje na Büchnerově nálevce a propláchne se ledovou destilovanou vodou. V případě potřeby lze vyloučený produkt opět rekrystalizovat z vroucí vody.

Vlastnosti a využití:

Volný sulfacetamid je bílá práškovitá látka s teplotou tání 181 až 185 °C. V lékopise je uváděn ve formě sodné soli (jejího monohydrátu) – *Sulfacetamidum natricum (monohydricum)*. Jedná se o sulfonamidové antimikrobiální chemoterapeutikum, které se v současné době používá ve formě očních kapek (HVLP Sulphacetamide 10% - Polpharma®) k léčbě různých druhů zánětů očních tkání (spojivky, rohovky, slzných kanálků apod.), způsobených bakteriemi citlivými na sulfonamidy. Kromě toho se používá i profylakticky po poranění a popálení oka. Je to jediný sulfonamid bez heterocyklické substituce, který si až do současnosti udržel místo v moderní medicíně. Velmi důležitá je i skutečnost, že vodné roztoky jeho sodné soli mají téměř neutrální pH – proto nedráždí oční tkáň.

Ověření identity:

Totožnost připraveného sulfacetamidu se ověří ¹H, ¹³C NMR a IČ spektrometrií a taky stanovením teploty tání (až po vysušení).