

Ćwiczenie 1 F

Surowce dla produktów leczniczych

Synteza karboksymetylocelulozy

Celem ćwiczenia jest chemiczna modyfikacja mikrokrystalicznej celulozy z wytworzeniem karboksymetylocelulozy – ważnego składnika pomocniczego dla produktów leczniczych.

Materiały i odczynniki

- celuloza mikrokrystaliczna
- alkohol izopropylowy
- etanol
- metanol
- wodorotlenek sodu
- lodowaty kwas octowy
- 0,1M roztwór HCl
- oranż metylowy
- papierki wskaźnikowe

Aparatura i szkło laboratoryjne

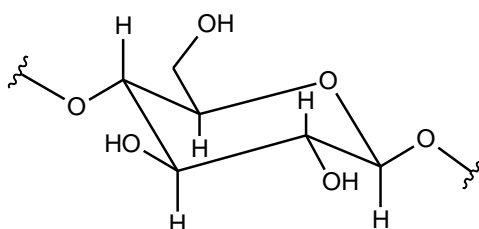
- kolba ssawkowa – 1 szt.
- lejek Schotta
- szalka Petriego
- kolbka okrągłodenna 250 cm³
- cylinder 10 cm³
- cylinder 50 cm³
- naczynko wagowe - 2 szt.
- termometr
- zlewka 100 cm³
- pipeta 25 cm³ - 2 szt
- kolba miarowa 100 cm³– 2 szt.
- kolbki stożkowe 250 cm³ – 4 szt.
- tygielek
- szpatułka
- łyżeczka
- bagietka
- magnetyczny element mieszający - 3 szt
- krystalizator

- lejek szklany średni
- zlewka 1000 cm³
- szkiełko zegarkowe
- łopatka szklana
- lejek nasypowy

Wykonanie ćwiczenia

- **synteza karboksymetylocelulozy**

Do kolby okrągłodennej z co najmniej dwiema szyjami wprowadzić ok. 1,5 g celulozy, 15 ml izopropanolu, 15 ml etanolu oraz 6 ml 10% wodnego roztworu NaOH.



Do obliczeń należy wykorzystać pojęcie jednostki anhydroglukozowej.

Jednostka anhydroglukozowa (AGU) – odniesienie do pojedynczego pierścienia glukozy w polisacharydzie. Ze względu na różne długości cząsteczek węglowodanów przyjmuje się jednostkę anhydroglukozową ($M=162,15$ g/mol) jako podstawową strukturę budulcową polimeru. Korzystając z jej masy molowej i ilości obecnych w niej grup hydroksylowych możliwe jest m.in. wykonanie obliczeń wynikających ze stechiometrii reakcji.

Proces alkalizacji celulozy prowadzić ok. 30 minut w temperaturze 50°C korzystając z łaźni wodnej, pod chłodnicą zwrotną.

Równocześnie stechiometryczną w stosunku do naważonej celulozy ilość kwasu chlorooctowego wprowadzić do zlewki i dodać 15-20 ml izopropanolu oraz równomolową ilość stałego wodorotlenku sodu. Syntezę chlorooctanu sodu oraz alkalicyelulozy prowadzić jednocześnie, przez ok. 30 minut.

Powstały chlorooctan sodu przesączyć a następnie jak najdokładniej przenieść do kolby z celulozą (do zmywania pozostałości chlorooctanu na sprzęcie laboratoryjnym można wykorzystać otrzymany przesącz). Reakcję syntezy karboksymetylocelulozy prowadzić 90/120/150 minut (czas reakcji podaje prowadzący) w temperaturze 60°C. Następnie produkt reakcji odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem, przenieść do kolbki, zalać niewielką ilością lodowatego kwasu octowego i mieszać 10-15 minut. Następnie przesączyć i przemyć metanolem aż do całkowitego zniknięcia zapachu kwasu octowego. Otrzymany osad pozostawić do wysuszenia.

- **Oznaczanie stopnia modyfikacji celulozy (DS)**

Do kolbki stożkowej 250 ml naważyć na wadze analitycznej około 0,4 g wytworzonej, suchej karboksymetylocelulozy, dodać 10 ml metanolu i mieszać przez kilka minut na mieszadle magnetycznym z zamkniętym wylotem kolby. Po tym czasie dodać 90 ml wody i kontynuować mieszanie do całkowitego rozpuszczenia (jeżeli po godzinie mieszania osad jest wciąż obecny należy ogrzać lekko kolbki w łaźni wodnej i kontynuować mieszanie kolejną godzinę). Po dwóch godzinach, bez względu na obecność bądź brak osadu przystąpić do oznaczeń miareczkowych. W tym celu należy dodać do kolby kilka kropel oranżu metylowego i miareczkować 0,1M roztworem HCl. Wykonać dwie próby dla syntetyzowanej karboksymetylocelulozy.

Równoległe wykonać oznaczenie dla handlowej karboksymetylocelulozy. W tym celu naważyć 0,4-0,5 g tego związku i oznaczenie wykonać w analogiczny sposób. Podobne miareczkowanie należy wykonać w celu sporządzenia ślepej próby.

DS oblicza się ze wzoru:

$$DS = \frac{162 \cdot n_{HCl}}{1 - 0,058n_{HCl}}$$

Gdzie:

n_{HCl} – ilość moli HCl potrzebna do zmiareczkowania próbki o masie 1 g

Sprawozdanie powinno zawierać:

- zapis reakcji przeprowadzanej w ćwiczeniu
- opis wykonania ćwiczenia wraz ze spostrzeżeniami oraz wyjaśnionymi celami wykonywania poszczególnych czynności
- Potrzebne obliczenia wraz z komentarzem
- Podsumowanie i wnioski

Zagadnienia teoretyczne:

- surowce naturalne wykorzystywane jako substancje pomocnicze w farmacji, wyodrębnianie, otrzymywanie, modyfikacja, zastosowanie
- reakcje eteryfikacji – zagadnienia ogólne

Literatura:

G. Joshi, S. Naithani, V.K. Varshney, S.S. Bisht, V. Rana, P.K. Gupta, *Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose from office waste paper: A greener approach towards waste management*, Waste Management, 2015, 38, 33-40, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2014.11.01>