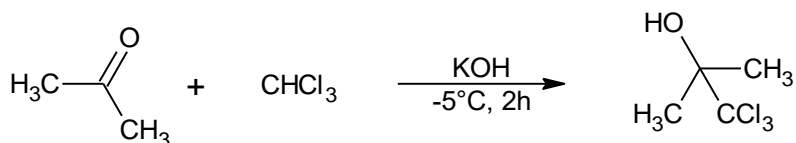


Ćwiczenie 4F

Surowce dla produktów leczniczych

Chlorobutanol

(1,1,1-Trichloro-2-metylo-2-propanol)



Odczynniki:

- aceton cz.d.a
- chloroform
- KOH stały (rozdrobiony)
- sól kuchenna
- lód

Aparatura i szkło laboratoryjne

- zakręcana butelka o poj. 5-20 ml. - 1 szt.
- pipeta wielomiarowa o poj. 25 ml - 1 szt.
- pipeta wielomiarowa o poj. 10 ml - 1 szt.
- krystalizator (łaznia chłodząca)
- mieszadło magnetyczne z grzaniem - 1 szt.
- metalowa szpatułka
- łyżeczka z PS
- magnetyczny element mieszający
- kolba okrągłodenna dwuszyjna o poj. 50 ml - 1 szt.
- kolba okrągłodenna o poj. 50 ml (szlif 29/32) - 1 szt.
- nasadka do sączenia (szlif 29/32) - 1 szt.
- termometr szklany (zakres -10 – 50°C)
- nasadka do termometru
- lejek ze spiekem G1 (śred. ok. 3-4 cm) – 1 szt.
- kolba ssawkowa
- korek szklany dmuchany (pasujący do kolby dwuszyjnej) - 1 szt.
- Lejek Buchnera
- Cylinder 50 ml
- Zlewka 100 ml

Wykonanie ćwiczenia:

Do kolby dwuszyjnej o poj. 50 ml, zaopatrzonej w termometr, mieszadło magnetyczne i korek odmierzyć 5 ml chloroformu i 11,1 ml acetonu. Kolbę umieścić w łaźni chłodzącej (lód+sól) i mieszać aż do osiągnięcia temperatury ok -10°C . Do zakręcannej butelki odważyć 1 g KOH. Następnie małymi porcjami dodawać do kolby KOH w taki sposób aby temperatura mieszaniny nie wzrosła powyżej -5°C . Po dodaniu całej ilości kontynuować mieszanie przez 2 godziny utrzymując temperaturę mieszaniny reakcyjnej na poziomie -5°C . Po tym czasie mieszaninę przesączyć pod zmniejszonym ciśnieniem do kolby gruszkowej o poj. 50 ml. Kolbę i osad na lejku przemyć niewielką ilością acetonu. Z połączonych przesączy usunąć rozpuszczalniki na wyparce. Do pozostałości w kolbie dodać ok. 20 ml wody i intensywnie wymieszać (ewentualnie odstawić do schłodzenia w lodówce). Wytrącony osad produktu odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem i przemyć wodą. Suszyć na powietrzu, a następnie w eksykatorze. Oznaczyć temperaturę topnienia produktu.

Sprawozdanie powinno zawierać:

- Krótki wstęp literaturowy (1 strona tekstu).
- Schemat/schematy reakcji chemicznych wykonywanych w ćwiczeniu.
- Opis wykonania ćwiczenia wraz z uwagami i spostrzeżeniami.
- Obliczenie wydajności.
- Omówienie wyników tożsamości produktu.
- Wnioski.

Zagadnienia teoretyczne:

1. Procesy addycji i kondensacji – zagadnienia ogólne.
2. Halogenopochodne w przemyśle farmaceutycznym.
3. Środki przeciwbakteryjne, plastyfikatory w przemyśle farmaceutycznym.