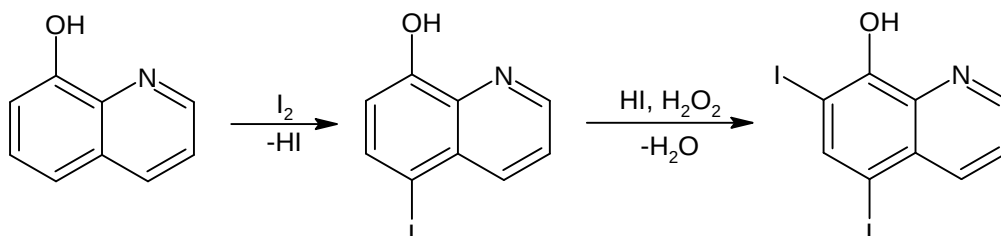


TECHNOLOGIA FARMACEUTYCZNA

Ćwiczenie 12F

Iodoquinol

(5,7-dijodo-8-chinolinol)



Odczynniki:

- 8-hydroksychinolina (1,0 g, 6,9 mmol)
- jod (1,8 g, 7,1 mmol)
- perhydrol (1,4 ml, 12 mmol)
- etanol 95%
- ksilen (mieszanina izomerów)
- metanol
- żel krzemionkowy 60
- kwas siarkowy stężony
- chloroform : metanol mieszanina 9:1 v:v

Synteza:

W dwuszyjnej kolbie okrągłodennej o poj. 50 ml rozpuścić 8-hydroksychinolinę (1,0 g) i jod (1,8 g) w 15 ml etanolu. Roztwór ogrzać do wrzenia i refluksować przez 15 min. Następnie dodać 0,7 ml perhydrolu i kontynuować ogrzewanie przez kolejne 15 min. Wytrącony osad, po ochłodzeniu do temperatury otoczenia, odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem do drugiej dwuszyjnej kolby okrągłodennej. Osad na lejku przemyć etanolem (2x 5 ml) i po kilku minutach przenieść do kolby okrągłodennej o poj. 200 ml. Do połączonych przesączyć dodać 0,7 ml perhydrolu i roztwór ten ponownie ogrzać do wrzenia i refluksować przez 15 min. Po ochłodzeniu do temperatury otoczenia odsączyć, pod zmniejszonym ciśnieniem, drugą porcję wydzielonego produktu, przemyć etanolem (2x 5 ml) i połączyć z pierwszą porcją produktu w

kolbie okrągłodennej o poj. 200 ml. Do kolby z produktem dodać 100 ml ksylenu i płaską łyżeczkę żelu krzemionkowego. Przy intensywnym mieszaniu ogrzać mieszaninę do wrzenia pod chłodnicą zwrotną i refluksować ok. 5 min. Następnie przesączyć na gorąco na sączku karbowanym do kolby stożkowej o poj. 200 ml (Uwaga 1). Po ochłodzeniu (najpierw w temperaturze pokojowej, a potem w zamrażarce) odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem i przemyć metanolem (2x). Suszyć na powietrzu.

Uwagi:

1. Ze względu na wysoką temperaturę wrzenia ksylenu (140°C), operacje należy wykonywać w odpowiednich rękawicach ochronnych.

Potwierdzenie tożsamości:

1. Oznaczyć temperaturę topnienia otrzymanego produktu (literaturowa $T_{\text{top}}=208-212^{\circ}\text{C}$ (rozkt.))
2. Wykonać analizę TLC otrzymanego produktu oraz roztworu wzorcowego produktu oraz 8-hydroksychinoliny (SiO_2 , chloroform : metanol = 9 : 1)
3. Wykonać próbę z H_2SO_4 na obecność jodu: zakręcaj butelce o poj. 2 ml rozpuścić około 0,01 g preparatu w 1,0 ml stęż. H_2SO_4 . Pojawienie się fioletowych oparów jodu wskazuje na jego obecność w badanej próbce.

Sprawozdanie powinno zawierać:

- Krótki wstęp literaturowy (do 1 strony).
- Schemat reakcji.
- Opis wykonania ćwiczenia z uwagami i spostrzeżeniami.
- Obliczenie wydajności.
- Omówienie wyników tożsamości produktu.
- Wnioski.

Zagadnienia teoretyczne:

1. Halogenopochodne jako substancje czynne farmakologiczne.

2. Chinolina i jej pochodne jako substancje czynne farmakologiczne.
3. Przeciwbakteryjne i przeciwgrzybiczne substancje lecznicze.

Sprzęt:

- dwuszyjna kolba okrągłodenna 50 ml (szlify 19/26 i 23/14)- **2 szt.**
- korek szklany (szlif 14/23)- **1 szt.**
- chłodnica zwrotna (szlif 19/26)- **1 szt.**
- mieszadło magnetyczne - **1 szt.**
- czasza grzejna lub blok grzejny - **1 szt.**
- lejek ze spiekami G3 (śred. ok. 3-4 cm) – **1 szt.**
- lejek szklany śred. ok. 6 cm - **1 szt.**
- zlewka o poj. 25 ml - **1 szt.**
- kolba okrągłodenna o poj. 200 ml (szlif 29/32) - **1 szt.**
- kolba stożkowa o poj. 200 ml + korek – **1 kpl.**
- ekspansja szlif 19/26(ż) do 29/32(m) – **1 szt.**
- element mieszający do naczynia z kulistym dnem - **1 szt.**
- łyżeczka z PS – **1 szt.**
- szpatułka metalowa zagięta - **1 szt.**
- mała szalka na produkt - **1 szt.**
- pipeta wielomiarowa o poj. 1,0 ml - **1 szt.**
- cylinder miarowy 25 ml - **1 szt.**
- zakręcana butelka o poj. 2 ml. - **1 szt.**
- kolba ssawkowa - **1 szt.**