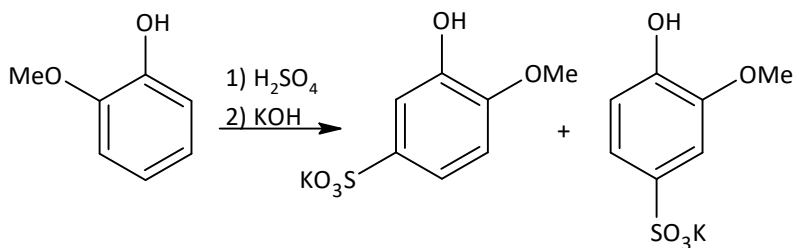


TECHNOLOGIA FARMACEUTYCZNA

Ćwiczenie 14F

Sulfogwajakol

(sól potasowa kwasu 4-hydroksy-3-metoksybenzenosulfonowego oraz kwasu 3-hydroksy-4-metoksybenzenosulfonowego)



Odczynniki:

- gwajakol (3,0 g, 24,2 mmol)
- H₂SO₄ stęż. (1,7 ml, 30 mmol)
- KOH (1,35 g, 24,6 mmol)
- BaCO₃ (1,20 g, 6,1 mmol)
- celit 545
- 5% r-r KOH (zakraplacz 100 ml)
- 5% r-r H₂SO₄ (zakraplacz 100 ml)
- bufor fosforanowy o pH=7,0
- chlorek żelaza(III) roztwór 1%

Do zakręcannej butelki o poj. 25 ml odważyć 3,00 g gwajakolu. Do ciekłego gwajakolu (w razie potrzeby ogrzać do stopienia), wkropić z pipety 1,7 ml stęż. H₂SO₄. Zakręconą butelkę umieścić w łaźni wodnej o temperaturze 75°C, na mieszadle magnetycznym i mieszać przez 90 min. Po tym czasie, gorącą mieszaninę wlać do mieszającego się roztworu KOH (1,38 g KOH w 25 ml wody) w zlewce o poj. 100 ml. Po uzyskaniu klarownego roztworu, częścią roztworu wypłukać butelkę z reszty mieszaniny poreakcyjnej a popłuczyny zawrócić do zlewki. Następnie do mieszającego się roztworu dodać małymi porcjami 1,2 g BaCO₃ (uwaga na silne pienie się mieszaniny). Po dodaniu całości węglanu przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym, ogrzać zawiesinę do wrzenia i sprawdzić jej odczyn. Jeśli odczyn jest różny od pH=6,5 to należy go skorygować za pomocą 5% wodnego roztworu H₂SO₄ lub 5% wodnego roztworu KOH. Zawiesinę przesączyć grawitacyjnie na sączku karbowanym z twardej bibuły filtracyjnej do kolby okrągłodennej o poj. 100 ml a odsączony osad przemyć wodą. Jeśli

uzyskany przesącz nie jest klarowny to należy go przesączyć pod zmniejszonym ciśnieniem przez złożę celitu. Przesącz zatężyć na wyparce rotacyjnej pod obniżonym ciśnieniem (temperatura łaźni grzewczej 60°C) do momentu pojawienia się kryształów produktu. Kolbę umieścić w lodówce na 30-60 min.

Potwierdzenie tożsamości:

- 1. Zarejestrować widmo UV (w zakresie 220-400 nm) otrzymanego produktu i porównać je z widmem wzorcowym sulfogwajakolu. Przygotowanie próbki: w kolbie miarowej o poj. 500 ml rozpuścić 0,2500 g badanej substancji w wodzie. Z tego roztworu pobrać 10 ml do kolby miarowej o poj. 100 ml i uzupełnić buforem fosforanowym o pH=7,0. Widmo zmierzyć w odniesieniu do buforu fosforanowego.*
- 2. Wykonać próbę z FeCl_3 na obecność grup fenolowych: zakręcaną butelkę o poj. 2 ml rozpuścić około 0,01 g preparatu w 0,5 ml metanolu i dodać 5 kropli 1% r-ru FeCl_3 . Sulfogwajakol w tej reakcji tworzy związek kompleksowy o barwie niebieskopurpurowej.*

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. Pochodne fenolu jako substancje czynne farmakologicznie.
2. Wybrane procesy technologiczne z grupy leków wykrztuśnych i działających na układ oddechowy.

Sprzęt:

- zakręcana butelka o poj. 25 ml. - **1 szt.**
- zakręcana butelka o poj. 1 ml. - **1 szt.**
- pipeta wielomiarowa o poj. 2,0 ml - **1 szt.**
- łożnia wodna
- łyżeczko szpatułka
- łyżeczka z PS
- mieszadło magnetyczne z grzaniem - **1 szt.**
- element mieszający do naczynia z płaskim dnem - **2 szt.**
- pipeta Pasteura ze smoczkiem - **1 kpl.**
- zlewka o poj. 100 ml + szkiełko zegarkowe – **1 kpl.**
- zlewka o poj. 25 - **1 szt.**
- lejek szklany śred. ok. 6 cm - **1 szt.**
- kolba okrągłodenna o poj. 100 ml (szlif 29/32) - **1 szt.**
- korek szklany dmuchany (szlif 29/32) - **1 szt.**
- lejek ze spiekem G3 (śred. ok. 3-4 cm) – **1 szt.**
- kolba ssawkowa o poj. 100 ml – **1 szt.**
- szalka na produkt
- cylinder miarowy o poj. 25 ml – **1 szt.**
- kolba miarowa o poj. 500 ml – **1 szt.**
- kolba miarowa o poj. 100 ml – **1 szt.**
- krystalizator o poj. 100 ml – **1 szt.**