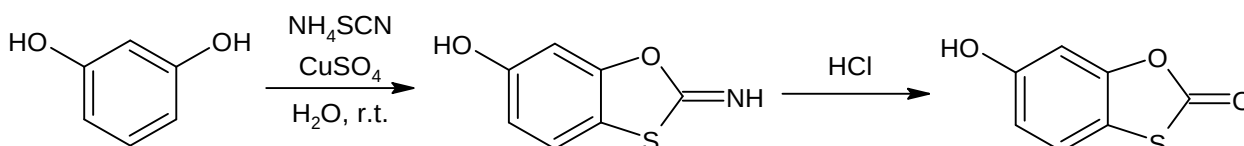


TECHNOLOGIA FARMACEUTYCZNA

Ćwiczenie 15F

Tioksolon

(6-hidroksy-1,3-benzoksatiol-2-on)



Odczynniki:

- rezorcyna (1,10 g, 10 mmol)
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (4,99 g, 20 mmol)
- NH_4SCN (3,05g, 40 mmol)
- nasyc. Na_2CO_3 aq.
- kwas solny 18% lub stężony
- metanol 50%
- węgiel aktywny
- benzen:metanol mieszanina 95:5 v:v
- chlorek żelaza(III) roztwór 1%

Synteza:

W kolbie stożkowej o poj. 50 ml rozpuścić 4,99 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (20 mmol) i 1,10 g rezorcyny (10 mmol) w 25 ml wody. Następnie do kolby dodać w jednej porcji, wcześniej przygotowany (w zlewce o poj. 25 ml) roztwór 3,05 g NH_4SCN (40 mmol) w 5 ml wody (*Uwaga 1*). Zawartość kolby mieszać na mieszadle magnetycznym, w temperaturze otoczenia, przez 30 min – aż do pojawienia się białego osadu. Osad odsączyć na lejku z dnem ze spiekanego szkła, odcisnąć i przemyć wodą (2 x 5 ml). Przesącz przenieść do zlewki o poj. 100 ml i dodać do niego 5 ml nasyc. roztworu Na_2CO_3 . Po ustaniu wydzielania się gazu, wytrącony osad 6-hidroksy-2-imino-1,3-benzoksatiolu, odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem, przemyć wodą (5 ml) i odcisnąć. Osad przenieść do zlewki o poj. 50 ml i zawiesić w 20 ml 18% HCl (10 ml wody + 10 ml stężonego kwasu solnego). Zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i przy ciągłym mieszaniu ogrzewać ją na mieszadle magnetycznym (temperatura płyty grzewczej ok 120°C)

aż do rozpuszczenia osadu. Następnie, do tak otrzymanego roztworu, po lekkim jego ochłodzeniu, dodać ok 1/3 płaskiej łyżeczki węgla aktywnego i ponownie ogrzewać go przez kilka minut na płycie grzewczej mieszadła. Mieszaninę przesączyć na gorąco przez sączonek karbowany do zlewki o poj. 25 ml. Przesącz schłodzić na powietrzu a następnie w zamrażarce. Wytrącony osad produktu odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem. Osad przenieść do kolby gruszkowej o poj. 50 ml i rozpuścić na gorąco w 50% MeOH a następnie zatężyć do ok ½ objętości. Schłodzić w zamrażarce, odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem i przemyć niewielką ilością schłodzonej wody.

Uwagi:

1. Ze względu na łatwe tworzenie barwnych kompleksów żelaza z anionami rodankowymi należy unikać kontaktu stałego NH_4SCN oraz jego roztworu z metalowymi przedmiotami.

Potwierdzenie tożsamości:

1. Oznaczyć temperaturę topnienia otrzymanego produktu (literaturowa $T_{\text{top}}=158-160^\circ\text{C}$)
2. Wykonać analizę TLC otrzymanego produktu oraz roztworu wzorcowego tioksolonu (SiO_2 , benzen : metanol = 95 : 5)
3. 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-ro FeCl_3 . Tioksolon w tej reakcji tworzy związek kompleksowy o barwie szarzielonej.

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. Związki siarki jako substancje czynne farmakologicznie.
2. Wybrane procesy technologiczne z grupy leków przeciwzapalnych i bakteriobójczych.

Sprzęt:

- zlewka o poj. 100 ml - **1 szt.**
- zlewka o poj. 50 ml + szkiełko zegarkowe - **1 kpl.**
- zlewka o poj. 25 ml - **1 szt.**
- kolba stożkowa o poj. 50 ml ze szlifem + korek z pełnego szkła- **1 kpl.**
- kolba ssawkowa 100 ml - **1 szt.**
- lejek ze spiekem G3 (śred. 3-4 cm) – **2 szt.**
- lejek szklany śred. 5-6 cm - **1 szt.**
- łyżeczka z PS – **2 szt.**
- szpatułka metalowa zagięta - **1 szt.**
- mała szalka na produkt - **1 szt.**
- mieszadło magnetyczne z płytą grzewczą
- element mieszający do naczynia z płaskim dnem - **1 szt.**
- cylinder miarowy 25 ml - **1 szt.**
- zakręcana butelka o poj. 2 ml. - **2 szt**
- kolba gruszkowa 50 ml - **1 szt.**