

PRÁCTICA V.10
PRACTICA DE ANALGÉSICOS, ANTINFLAMATORIOS Y ANTIPERICOS
ANALGESICS, ANTI-INFLAMMATORIES, AND ANTIPYRETICS

Dra. María Elena Montoya Alfaro

Profesora Principal, T.P. (Cod. 04573A)

Mg. Eriberto Carrasco R., Profesor Asociado, T.P. Cod. 012831

Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Farmacia y Bioquímica

Escuela Académico Profesional de Farmacia y Bioquímica

MEMONTOYAA@latinmail.com

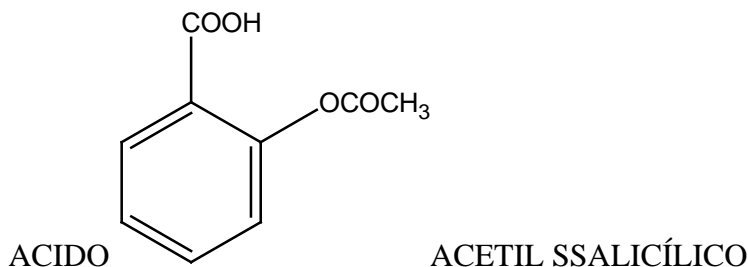
OBJETIVO

Obtener por síntesis ácido acetil salicílico

Identificación del compuesto obtenido

Calcular el rendimiento

Valorar el fármacos obtenido



MATERIALES.

Equipo de reflujo
 Cocinilla eléctrica
 Embudo
 Tubos de ensayo
 Mortero
 Frascos gotero
 Microcámara cromatográfica
 Placas cromatográficas
 Matraces, bureta

REACTIVOS:

Disolventes, alcohol, éter y cloroformo
 Vapores de yodo
 Reactivo de Acido Pírico
 Cristal violeta TS

Acido Acético
 Anhídrido acético
 Acido Perclórico 0.1N

MUESTRAS:

Fármaco puro de referencia o patrón: Acido acetil salicílico
 Forma Farmacéutica o muestra problema: Tabletas de acido acetil salicílico 100 mg

PROCEDIMIENTO:

Síntesis:

- Pesar 0,5 g de ácido salicílico y colocarlo en un balón
- Añadir 1,5 mL de anhídrido acético y mezclar suavemente
- Adicionar rápidamente 0,1 mL de ácido sulfúrico Mezclar suavemente
- Instalar el matraz redondo en el sistema de reflujo
- Calentar suavemente hasta que al agitar no se observe una emulsión
- Dejar enfriar a temperatura ambiente
- Adicionar 5 mL de agua destilada muy suavemente para evitar la hidrólisis. Se observa la formación de precipitado
- Filtrar, secar el residuo y pesar

Calcular el rendimiento:

Hacer los cálculos estequiométricos
 Pesar el compuesto obtenido
 Calcular el % de rendimiento

Preparación de la muestra problema:

En un mortero reducir suavemente una tableta a polvo.

Identificación:

Aspecto, forma de cristales y color de la muestra de referencia
 Olor, con muestra patrón y problema

Solubilidad: Comprobar la solubilidad del fármaco puro en agua, alcohol, cloroformo y éter

Cromatografía en capa Fina:

- a.- Para saturar la cámara cromatográfica, media hora antes, cubrir las paredes con papel filtro y adicionar el disolvente (Fase móvil) aproximadamente en 1 cm de altura.
- b.- Preparar la solución de la muestra y de referencia aproximadamente 1 % en el solvente de mayor solubilidad y aplicar con un capilar a 0.5 cm de los márgenes inferior y lateral. Aplicar, muestra , patrón y la mezcla de muestra y patrón.
- c.- Dejar secar y marcar con lápiz el margen superior del frente del disolvente (fase móvil) w introducir la placa cromatográfica de forma vertical en la cámara tapar rápidamente.

- d.- Dejar eluir el disolvente hasta que alcance el límite superior marcado. Retirar la placa de la cámara y dejar secar.
- e.- Detectar las manchas por UV y/o revelar con el indicador Dragendorff, o yodo y delinear las manchas
- f.- Determinar el centro de la mancha y medir la distancia recorrida por la muestra y el patrón, el frente de disolvente luego, calcular el Rf de la muestra y de la referencia o patrón y comparar.

El Rf de un compuesto es una constante física, pero que puede variar con cualquier cambio físico-químico por lo que siempre debe compararse con un patrón cromatográfico en las mismas condiciones experimentales

Reacciones de identificación:

Realizar el ensayo con muestra problema y patrón en forma paralela y comparando los resultados.

- Con Agua de bromo: mg de muestra disolver en 1 mL de alcohol y adicionar gotas de reactivo, se debe observar decoloración del agua de bromo.
- Con Reactivo de Tricloruro férrico: mg de muestra disolver en 1 mL de alcohol alcalinizar con una gota de NaOH 0.1 N y adicionar gotas de reactivo, se debe observar coloración violeta.

Valoración de ácido acetil salicílico:

Pesar una cantidad exacta alrededor de 300 mg de sustancia (el grupo de trabajo recibirá la muestra a valorar ya pesada, pero desconocerá el peso exacto, lo cual deberá determinar). Adicionar 12 mL de NaOH 0.5 N. Calentar suavemente y dejar enfriar. Adicionar gotas de indicador heliantina . Valorar con ácido sulfúrico 0.5 N, el final de la reacción se determina por viraje de color de amarillo a naranja, hacer un blanco si es necesario. 180 mg de ácido acetil salicílico equivale a 80 mg de NaOH.

REPORTE DE PRACTICA

N° DE MESA:

Fecha:.....

Integrantes de la mesa:

- 1-
- 2.-
- 3.-
- 4.

N° de Práctica

Título:

Objetivos:

RESULTADOS

SÍNTESIS:

Ecuación global:

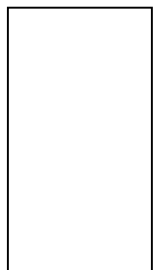
Rendimiento:

IDENTIFICACIÓN

Características: 1.-
 2.-
 3.-

Solubilidad: Con Solvente: A.-
 B.-
 C.-

Esquema del Cromatograma obtenido:



Rf patrón:

Rf: muestra problema

Reacciones de identificación:

- 1.-
- 2.-

VALORACIÓN

Gastos Obtenidos:

Cálculos:

CONCLUSIONES:

OBSERVACIONES-RECOMENDACIONES (por parte del estudiante)

Dra. María Elena Montoya Alfaro

MEMONTOYAA@latinmail.com

El trabajo en los laboratorios de Medicinal Chemistry debe mantener altos estándares de precaución y buen uso.

El manejo de instrumental eléctrico, la utilización de calor, el material de cristal y los disolventes no presentan un especial problema, si se siguen las instrucciones del supervisor.

Este documento ha sido supervisado por los Profs. María Elena Montoya Alfaro (memontoyaa@latinmail.com) and Eriberto Carrasco Raymunde (ercara55@yahoo.es) quienes informan que no existen problemas específicos de seguridad en la realización de este ejercicio, incluyendo toxicidad, inflamabilidad y explosión, ni cualquier otro destacable, dentro de lo usual en un laboratorio de Medicinal Chemistry.

Se agradecerá comunicar al Editor cualquier posible incidencia.

EXERCISE V.10

ANALGESICS, ANTI-INFLAMMATORIES, AND ANTIPIRETICS

María Elena Montoya Alfaro and Eriberto Carrasco

Faculty of Pharmacy and Biochemistry, Academic-Professional School of Pharmacy and Biochemistry, San Marcos Major National University

E-mail: MEMONTOYAA@latinmail.com

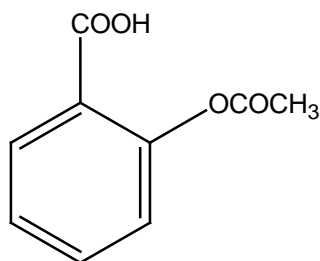
OBJECTIVES

Obtain by synthesis acetyl salicylic acid

Identify the obtained compound

Calculate the yield

Assay the obtained drug



ACETYL SALICYLIC ACID

MATERIALS

Reflux equipment
Electric heating mantle
Funnel
Test tube
Mortar
Dropping funnel
Chromatographic microcamera
Chromatographic plates
Flasks, burette

REAGENTS

Solvents: alcohol, ether, and chloroform
Iodine fumes
Picric acid reagent
Crystal violet TS
Acetic acid
Acetic anhydride
Perchloric acid 0.1 N

SAMPLES

Pure drug of reference or stock: Acetyl salicylic acid

Pharmaceutical form or problem sample: 100-mg tablets of acetyl salicylic acid

PROCEDURE

Synthesis:

- Weigh 0.5 g of salicylic acid and put into a round-bottom flask.
- Add 1.5 mL of acetic anhydride and mix gently
- Add 0.1 mL of sulfuric acid rapidly. Mix gently.
- Introduce the flask into the reflux system.
- Heat gently until stirring shows no emulsion.
- Allow to cool to room temperature.
- Add 5 mL of distilled water very gently in order to avoid hydrolysis. A precipitate is observed.
- Filter, dry the residue, and weigh.

Calculate the yield:

Make the stoichiometric calculations.

Weigh the obtained compound.

Calculate % of yield.

Preparation of the problem sample:

In a mortar, gently reduce a tablet to powder.

Identification:

Aspect, form of crystals, and color of the standard sample

Smell with standard and problem sample

Solubility: probe the solubility of the pure drug in water, alcohol, chloroform, and ether.

Thin-layer chromatography:

- a. For saturating the chromatographic tank, 30 min before, cover the walls with filter paper and add (mobile phase) solvent approximately in 1 cm of height.
- b. Prepare the sample and reference solutions approximately 1 % in the solvent of greater solubility and apply with a capillary tube at 0.5 cm of lower and lateral margins. Apply sample, standard, and a sample/standard mixture.
- c. Allow to dry and mark with a pencil the superior margin of solvent front (mobile phase). Put the chromatographic plate vertically inside the chromatographic tank and rapidly put on the lid.
- d. Let the solvent reach the marked upper border. Take the plate out of the tank and let it dry.
- e. Detect the stains by UV wavelength and/or reveal with Dragendorff or iodine reagents and encircle the stains.

- f. Determine the center of the stain and measure the covered distance by sample and standard, solvent front. Then calculate R_f of the sample and the reference or standard and compare.

The R_f of a compound is a physical constant that can vary with any physicochemical change, thus, it should always compare with a chromatographic standard in the same experimental conditions.

Identification reactions:

Carry out the problem and standard sample at the same time and compare the results.

- With bromide water: Dissolve mg of the sample in 1 mL of alcohol and add drops of the reagent. Decolorization of bromide water will be observed.
- With iron trichloride: Dissolve mg of the sample in 1 ml of alcohol, alkalize with a drop of 0.1 N NaOH, and add drops of the reagent. A violet coloration will be observed.

Acetyl salicylic acid assay:

Weigh an amount of approximately 300 mg of the substance (the work group will receive the sample for assaying already weighed, but they will not know the exact weight, which is what they will have to determine). Add 12 mL of 0.5 N NaOH. Heat gently and let it cool. Add drops of helianthine indicator. Assay with 0.5 N sulfuric acid. The end of the reaction is determined by change of color from yellow to orange. Do a blank of reagent if necessary. 180 mg of acetyl salicylic acid equals 80 mg of NaOH.

PRACTICAL REPORT

TABLE NUMBER:

Date:.....

Table members:

- 1.
- 2.
- 3.
- 4.

Practice number:

Title:

Objectives:

RESULTS

SYNTHESIS

Global equation:

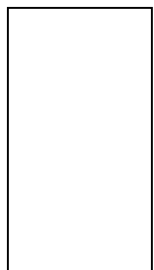
Yield:

IDENTIFICATION

Characteristics: 1.
 2.
 3.

Solubility: With solvent: A. B. C.

Scheme of obtained chromatogram:

 R_f : Standard: R_f : Problem sample

Identification reactions:

- 1.
- 2.

ASSAY

Obtained spendings:

Calculations:

CONCLUSIONS:

OBSERVATIONS/RECOMMENDATIONS (from student)

Dra. María Elena Montoya Alfaro

MEMONTOYAA@latinmail.com

High standards in safety measures should be maintained in all work carried out in Medicinal Chemistry Laboratories.

The handling of electrical instruments, heating elements, glass materials, dissolvents and other inflammable materials does not present a problem if the supervisor's instructions are carefully followed.

This document has been supervised by Profs. María Elena Montoya Alfaro (memontoyaa@latinmail.com) and Eriberto Carrasco Raymunde (ercara55@yahoo.es) who have informed that no special risk (regarding toxicity, inflammability, explosions), outside of the standard risks pertaining to a Medicinal Chemistry laboratory exist when performing this exercise.

If your exercise involves any "special" risks, please inform the editor.