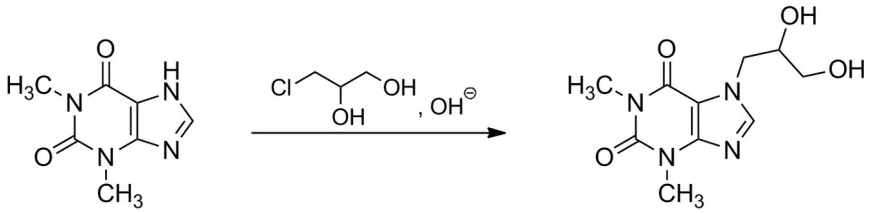
DIPROFILINA

7-(2,3-dihydroksypropylo)-teofilina



Odczynniki

4,5 g	(0,025 mola)	teofilina bezwodna (lub 4,9 g (0,025 mola) teofilina jednowodna)
1,0 g	(0,025 mola)	wodorotlenek sodu
3,0 g	(0,027 mola)	3-chloro-1,2-propandiol (d = 1,32 g/cm^3)
50 ml		metanol
11 ml		woda
20 ml		toluen
q.s.		metanol do krystalizacji

Wykonanie preparatu

W dwuszyjnej kolbce okrągłodennej o pojemności 100 ml przygotowuje się zawiesinę teofiliny w roztworze wodorotlenku sodu w 11 ml wody. Mieszaninę ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia przez 20-30 minut a następnie wkrapla się 3-chloro-1,2-propandiol i kontynuuje się ogrzewanie przez 2 h. Po tym czasie z mieszaniny odparowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem wodę (aparat Claisena lub wyparka). Do gęstej syropowatej pozostałości dodaje się 20 ml toluenu i odparowuje ponownie pod zmniejszonym ciśnieniem. Do kolby dodaje się 50 ml bezwodnego metanolu, gotuje pod chłodnicą zwrotną przez kilka minut i sączy od nierozpuszczalnego chlorku sodu. Do klarownego przesączu dodaje się węgla aktywnego, gotuje przez kilka minut i sączy. Wytrącony po oziębieniu przesączu osad należy odsączyć pod próżnią i przemyć 2 razy po 1 ml mieszaniny aceton:metanol 1:1. Zanieczyszczony produkt krystalizuje się z metanolu (ewentualnie z dodatkiem węgla aktywnego).

TLC: chlorek metylenu : metanol (9 : 1)

Właściwości

Bezbarwne kryształy o t.t. 160-165 ^{0}C, rozpuszczalne w wodzie, niższych alkoholach, słabo rozpuszczalne w chloroformie, nierozpuszczalne w eterze.

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNYCH

1. (±)-3-Chloro-1,2-propandiol

Nr CAS: 96-24-2
Postać: lepka ciecz
Barwa: jasno żółty
Zapach: charakterystyczny

Symbol	GHS05, GHS06, GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H300** – Połknięcie grozi śmiercią **H312** – Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą **H318** – Powoduje poważne uszkodzenie oczu **H331** – Działa toksycznie w następstwie wdychania **H351** – Podejrzewa się, że powoduje raka **H360** – Może działać szkodliwie na płodność lub na dziecko w łonie matki
środki ostrożności	**P201** – Przed użyciem zapoznać się ze specjalnymi środkami ostrożności **P261** – Unikać wdychania par **P264** – Dokładnie umyć ręce po użyciu **P280** – Stosować rękawice ochronne/ ochronę oczu/ ochronę twarzy **P301 + P310 –** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem **P305 + P351 + P338 –** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

2. Metanol

CAS: 67-56-1
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: gryzący

Symbol	GHS02, GHS07, GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H225** - Wysoce łatwopalna ciecz i pary. **H301 + H311 + H331** - Działa toksycznie po połknięciu, w kontakcie ze skórą w następstwie wdychania **H332** powoduje uszkodzenie narządów
środki ostrożności	**P210** - Przechowywać z dala od źródeł ciepła/ iskrzenia/ otwartego ognia/ gorących powierzchni. – Palenie wzbronione **P260** - Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej

	cieczy. **P280** - Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy **P301+P310** - W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem. **P311** - Skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

3. Teofilina

Nr CAS: 58-55-9
Postać: ciało stałe, proszek
Barwa: biała
Zapach: bez zapachu

Symbol	GHS06
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H301 –** Działa toksycznie po połknięciu
środki ostrożności	**P301 + P310 + P330 –** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub z lekarzem. Wypłukać usta.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

4. Toluen

CAS: 108-88-3
Postać: ciecz
Barwa: bezbarwna
Zapach: aromatyczny

Symbol	GHS02, GHS07, GHS08
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H225 –** Wysoce łatwopalna ciecz i pary **H304 –** Połknięcie i dostanie się przez drogi oddechowe może grozić śmiercią. **H315 –** Działa drażniąco na skórę. **H336 –** Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy. **H361d –** Podejrzewa się, że działa szkodliwie na dziecko w łonie matki. **H373 –** Może powodować uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie .
środki ostrożności	**P210 –** Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Palenie wzbronione. **P260 –** Nie wdychać pyłu/dymu/gazu/mgły/par/rozpylonej cieczy

	P280 – Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną **P301 + P310 –** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem. **P370 + P378 –** W przypadku pożaru: Stosować zraszanie wodą, piany alkoholoodporne, suche chemikalia lub dwutlenek węgla. Mały pożar gasić gaśnicą proszkową lub śniegową (dwutlenek węgla). Duży pożar: palące się zbiorniki lub rozlewiska gasić pianą lub prądami wodnymi rozproszonymi. **Nie stosować zwartych strumieni wody na powierzchnię cieczy.** **P403 + P235 –** Przechowywać w dobrze wentylowanym miejscu. Przechowywać w chłodnym miejscu.
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki

5. Wodorotlenek sodu

CAS: 1310-73-2
Postać: ciało stałe
Barwa: białe
Zapach: bez zapachu

Symbol	 GHS05
hasło ostrzegawcze	niebezpieczeństwo
rodzaj zagrożenia	**H314** - Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu
środki ostrożności	Produkt żrący
sprzęt ochrony osobistej	Stosować odzież ochronną, okulary ochronne, rękawiczki