

CHEMIA CIAŁA STAŁEGO - ĆWICZENIE NR 5		
Temat ćwiczenia: Polimorfizm krystalograficzny		
Wydział: Technologia Chemiczna Kierunek: Technologia Chemiczna	Stopień: I	Semestr: IV
Prowadzący ćwiczenie:	Data wykonania:	
Wykonujący ćwiczenie:		
Zwrot:	Zaliczenie:	Uwagi:

1. Cel ćwiczenia:

Teoretyczny- poznanie zagadnień dotyczących procesu krystalizacji i właściwości różnych odmian polimorficznych.

Praktyczny - zapoznanie się z procesem krystalizacji paracetamolu; identyfikacja morfologii otrzymanych faz z pomocą mikroskopii optycznej oraz metody XRD; określenie zależności pomiędzy odmianą polimorficzną a właściwościami makroskopowymi.

2. Zagadnienia teoretyczne:

polimorfizm krystalograficzny – definicja; układy krystalograficzne i sieci Bravaisa; metody identyfikacji odmian polimorficznych; wpływ polimorfizmu na właściwości fizyczne i chemiczne: gęstość, twardość, przewodnictwo, rozpuszczalność, reaktywność; znaczenie polimorfizmu w farmacji, materiałach funkcjonalnych i technologii materiałowej; przykłady substancji polimorficznych.

3. Literatura:

1. Piotr M. Synowiec „Krystalizacja przemysłowa z roztworu” WNT, Warszawa 2008
2. J. Chojnacki „Elementy krystalografii chemicznej i fizycznej”, PWN, Warszawa, 1971.
3. M. Van Meerssche, J. Feneau-Dupont „Krystalografia i chemia strukturalna“, PWN, Warszawa, 1984.
4. T. Penkala „Zarys krystalografii”, PWN, Warszawa, 1983. Wykłady z „Chemii ciała stałego”

4. Wykonanie ćwiczenia:

I etap: Otrzymywanie różnych odmian polimorficznych paracetamolu

Przeprowadzić proces krystalizacji paracetamolu z użyciem rozpuszczalnika wskazanego przez prowadzącego. Odważyć odpowiednie ilości substratów. Materiał umieścić w zlewce i zalać niewielką ilością odpowiedniego rozpuszczalnika. Wymieszać szklaną bagietką. W razie potrzeby ogrzać zlewkę na stoliku grzewczym do całkowitego rozpuszczenia. Następnie próbkę wylać na krystalizator i umieścić na stoliku grzewczym ustawionym na odpowiednią temperaturę w celu odparowania rozpuszczalnika.

II etap: Badanie otrzymanych kryształów

- a) Nieuzbrojonym okiem określić cechy optyczne oraz mechaniczne otrzymanych kryształów. Włączyć mikroskop stereoskopowy, umieścić próbkę na szkiełku i obserwować pod różnym kątem, zmieniając ostrość i powiększenie.
- b) Stosując metodę XRD określić odmianę polimorficzną otrzymanych kryształów paracetamolu. W tym celu należy sproszkować otrzymane kryształy i przeprowadzić pomiar w zakresie kątowym $2\Theta=5-40^\circ$.

III etap: Tabletkowanie

Zgodnie z wytycznymi prowadzącego należy przygotować formułacje o określonej zawartości składników składowych (celuloza mikrokrystaliczna, stearynian magnezu, paracetamol). W tym celu otrzymane kryształy paracetamolu należy utrzeć w młynku.

Dla w/w formułacji przeprowadzić proces tabletkowania według parametrów nastawnych tabletkarki wskazanych przez prowadzącego.

Dla otrzymanych tabletek przeprowadzić pomiar masy i badanie rozpuszczalności w wodzie.

5. Opracowanie wyników

Sprawozdanie należy wykonać na zajęciach zgodnie z wytycznymi prowadzącego.

6. Zasady bezpieczeństwa:

Wszystkie przewidziane w ćwiczeniu badania i pomiary wykonywać zgodnie z poleceniami oraz pod nadzorem prowadzącego.

7. Załączniki

- a) Karta charakterystyki – paracetamol
- b) Karta charakterystyki – celuloza mikrokrystaliczna
- c) Karta charakterystyki – stearynian magnezu
- d) Karta charakterystyki – aceton
- e) Karta charakterystyki – izopropanol