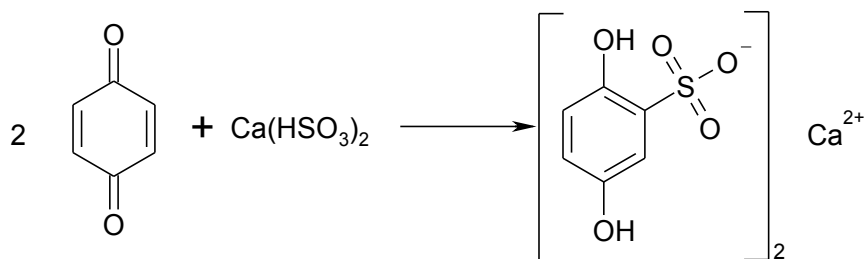


1.a. Dobesilát vápenatý

Chemický název: 2,5-dihydroxybenzensulfonát vápenatý

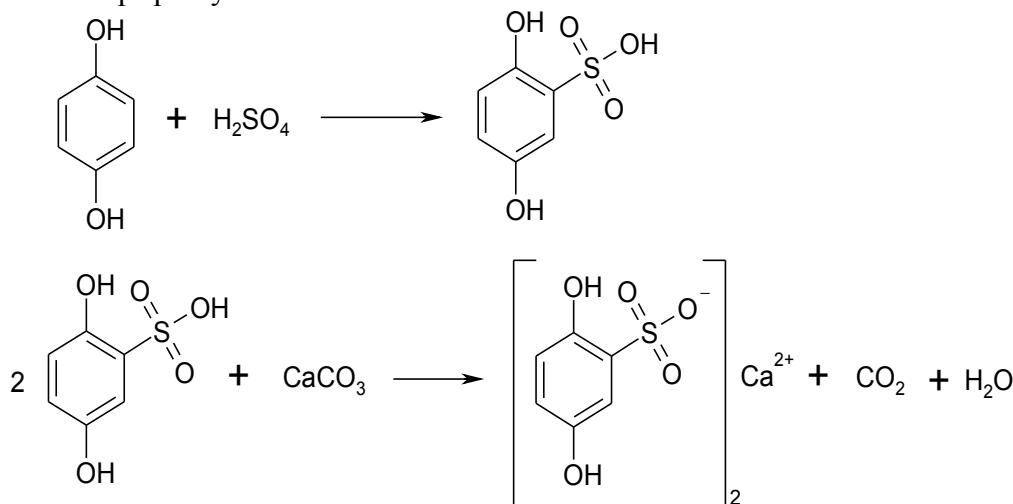
V průmyslu se připravuje redoxně-substituční reakcí hydrogensířičitanu vápenatého s 1,4-benzochinonem:



Hydrogensířičitan vápenatý není v podstatě komerčně dostupný a připravuje se reakcí vhodné vápenaté sloučeniny s oxidem sířičitým.

Pro účely praktických cvičení je vhodnější „alternativní“ příprava dobesilátu vápenatého sulfonací hydrochinonu kyselinou sírovou s následnou neutralizací vzniklé 2,5-dihydroxybenzensulfonové kyseliny uhličitanem vápenatým:

Schéma přípravy:



Chemikálie:

hydrochinon [110,11] 1,0 g 0,009 mol

kyselina sírová 96% [98,08] 4 ml

uhličitan vápenatý [100,09] 7,5 g

Postup: V 50 ml baňce přidáme hydrochinon za míchání do 96% kyseliny sírové při 45°C v lázni a mícháme při této teplotě ještě 2 hod. Po ochlazení na pokojovou teplotu směs vlejeme za míchání do 80 ml vody, pak přidáme opatrně uhličitan vápenatý (bude pěnit, po částech za míchání), směs zahřejeme za míchání k varu (pod zpět. chladičem) a zfiltrujeme ještě horkou na Büchnerově nálevce. Filtrát odpaříme na vakuové odparce do sucha a odparek rozsuspendujeme ve 25 ml 96% ethanolu, zfiltrujeme klasickým způsobem (nejlépe skládaný filtr) a filtrát odpaříme do sucha. Viditelně suchý odparek vyškrábeme z baňky, cca 200 mg použijeme k přípravě vzorku na UV-VIS spektrum a zbytek po zvážení přemístíme ihned do zásobní lahve. UV-VIS spektrum změříme na spektrofotometru HP 8453 dle postupu v článku *Calcii dobesilas monohydricus* ČL nebo Evropského lékopisu. Specifickou absorbančí $A^{1\%}_{1\text{cm}}$ získáme výpočtem dle vztahu

$$A^{1\%}_{1\text{cm}} = 40A / m,$$

kde $A^{1\%}_{1\text{cm}}$ je specifická absorbance, A je absorbance naměřená v maximu okolo 301 nm, m je přesná navážka dobesilátu v g.. Hodnota $A^{1\%}_{1\text{cm}}$ se má pohybovat v rozmezí 174-181.