CVIČENIE č. 4

**Názov témy**: Príprava kyseliny acetylsalicylovej

**Teoretický úvod**

Kyselina acetylsalicylová je [aromatická](https://sk.wikipedia.org/w/index.php?title=Aromatick%C3%A9_l%C3%A1tky&action=edit&redlink=1) [karboxylová kyselina](https://sk.wikipedia.org/wiki/Karboxylov%C3%A1_kyselina), derivát [kyseliny salicylovej](https://sk.wikipedia.org/wiki/Kyselina_salicylov%C3%A1). Za normálnej teploty je to biela kryštalická látka, mierne rozpustná vo vode na slabo kyslý roztok. Je to účinné [analgetikum](https://sk.wikipedia.org/w/index.php?title=Analgetikum&action=edit&redlink=1), [antipyretikum](https://sk.wikipedia.org/wiki/Antipyretikum" \o "Antipyretikum) a potlačuje zápaly.. Pri dlhodobom užívaní znižuje zrážanlivosť krvi. Je najstarším synteticky pripraveným liečivom. Používa sa ako antipyretikum pod názvom Acylpyrín, alebo v kombinácií s kofeínom ako Acylcoffin. Jej identifikáciu uskutočňujeme pomocou chromatografie na tenkej vrstve (TLC).

Chromatografia je fyzikálno-chemická [separačná metóda](https://sk.wikipedia.org/wiki/Separačná_metóda). Jej podstatou je rozdeľovanie zložiek zmesi medzi dvoma [fázami](https://sk.wikipedia.org/wiki/Fáza): nepohyblivou (stacionárnou) a pohyblivou (mobilnou). Pomocou chromatografie môžeme rýchlo a ľahko kontrolovať čistotu látky ale aj jednotlivé látky definovať.

**RF** - fyzikálna konštanta ktorá je funkciou rozdeľovacieho koeficienta

RF- a/b a-vzdialenosť danej škvrny od začiatku

b- vzdialenosť čela rozpúšťadla od štartu

**Schéma 1:** Mechanizmus prípravy kyselina acetylsalicylovej



**Navážky:** Kyselina salicylová  2,5g

Acetanhydrid (anhydrid kyseliny octovej) 5ml

Kyselina sírová 2 kvapky

Metanol 2ml

Voda 25 ml

**Postup práce:**

1. Do suchej 100 ml banky pridám 2,5g kyseliny acetylsalicylovej, 5 ml anhydridu kyseliny octovej a 2 kvapky kyseliny sírovej.
2. Teplota za stáleho miešania stúpa na 70-80 °C a kyslina salicylová sa pomaly rozpúšťa.
3. Po čase teplota klesne a obsah banky stuhne.
4. Pridám 25 ml vody a poriadne pomiešam.
5. Výsledný produkt odsajem na Buchnerovom lieviku a vysuším, odvážim a vypočítam výťažnosť.
6. Trochu kyseliny acetylsalicylovej si odoberiem a rozpustím v 2 ml metanolu v skúmavke.
7. Vystrihnem si silufolovu platničku približne o rozmeroch 3x6 cm, označím štart a poradie vzoriek (kyselina acetylsalicylová, acylpyrín, acylcoffin).
8. Platničku umiestnim do chromatografickej komôrky a vyvíjam v sústave hexán: octan etylový v pomere 1:3.
9. Ak čelo rozpúšťadla dôjde na vzdialenosť približne 1 cm od horného okraja, platničku vyberiem a nechám ju voľne vysušiť.
10. Identifikáciu prevediem pomocou UV lampy, kde pozorujem výskyt fialových škvŕn.

**Výpočet RF:**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Kyselina acetylsalicylová:  a=25mm  b=33mm  RF: 25/33  RF:0,76 | Acylpyrín:  a=25mm  b=33mm  RF:25/33  RF:0,76 | Acylcoffin:  a=8mm  b=33mm  RF:8/33  RF:0,24 | Kofeínová zložka acylcoffinu:  a=7mm  b=33mm  RF:7/33  RF:0,21 |

**Záver**

Na tomto cvičení som pripravila kyselinu acetylsalicylovú esterifikáciou kyseliny salicylovej a anhydridu kyseliny octovej. Produkt sme získali vo forme bieleho prášku, ktorý sme použili na chromatografiu na tenkej vrstve, pomocou ktorej sme určovali čistotu pripravenej kyseliny acetylsalicylovej a jej identifikáciu porovnaním so štandardnými látkami (acylpyrín, acylcoffin). Tri škvrny, ktoré sme pozorovali na Silufolovej platničke pod UV lampou boli v jednej rovine pre produkt a použité štandardy. Vypočítaná hodnota RF sa trochu líši s charakteristickou hodnotou. Štvrtá škvrna na platničke je bližšie ku štartu a odpovedá kofeínu prítomnému v Acylcoffine.