Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach

Prírodovedecká fakulta

**Protokol č.4:** Príprava kyseliny acetylsalicylovej

**Meno:** Slavomír Boňko 2BCHb1

**Dátum cvičenia:** 18.10.2017

**Teória:**

**Chromatografia na tenkej vrstve**

Proces, ktorým môžeme ľahko analyzovať resp. kontrolovať čistotu látok.

Ide o rozdeľovanie jdnotlivých látok medzi postupujúcou(mobilnou) fázou rozpúšťadla(v komôrke) a pevnou (stacionárnou) fázou tenkej vrstvy.

Pracujeme so silufolovou platničkou(s rozmermi 3x5cm), na ktorú umiestnime 3 vzorky: kyselinu acetylsalicylovú(0,1g rozpustenej v 2ml metanolu), acylpyrín, acylcoffin.

Tento proces slúži taktiež na zistenie prítomnosti kyseliny acetylsalicylovej, ktorá sa preukáže vznikom škvrny na platničke.

Na platničke vyznačíme štart a poradie vzoriek. Zložky nanášame pomocou tenkej sklenenej kapiláry.

Platničku umiestňujeme do chormatografickej komôrky a vyvíjame v sústave hexan : octan etylový v pomere 1:3

Keď čelo rozpúšťadla dôjde na vzdialenosť 1 cm od horného okraja, platničku vyberieme a necháme voľne vysušiť. Identifikáciu robíme pomocou UV lampy pri vlnovej dĺžke 254 nm.

Na silufolovej platničke budú tri fialové škvrny kyseliny acetylsalicylovej z jednotlivých vzoriek. Rovnaké RF hodnoty škvŕn potvrdzujú identitu látok.

Charakteristická RF hodnota v danom vyvíjacom činidle pre kyselinu acetylsalicylovú je 0,85, pre kofeín z Acylcoffinu 0,04.

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

RF- a/b

a-vzdialenosť danej škvrny od začiatku

b- vzdialenosť čela rozpúšťadla od štartu

**Kyselina acetylsalicylová** je biela kryštalická látka s teplotou topenia 138-140oC. Používa sa ako antipyretikum pod názvom Acylpyrín, alebo v kombinácií s kofeínom ako Acylcoffin. Jej identifikáciu uskutočňujeme pomocou chromatografie na tenkej vrstve (TLC).

**Mechanizmus esterifikácie kyseliny acetylsalicylovej:**



**Súhrnná reakcia:**



**Pomôcky:**

Aparatúra na odsávanie: odsávacia banka, výveva, buchnerov lievik, filtračný papier, špachtľa

Varná banka, tyčinka, špachtľa, lyžička, kadička, odmerný valec, skúmavka, nožnice, pravítko, ceruzka, silufolová platnička, chromatografická komôrka, pinzeta, UV lampa,

**Chemikálie:**

Kyselina salicylová C7H6O3 – 2,5g

Acetanhydrid (anhydrid kyseliny octovej) C4H6O3 – 5ml

Kyselina sírová H2SO4 - 2 kvapky

Metanol CH3OH – 2ml

Voda H2O – 25 ml

**Vzorec pripravenej látky:**



Kyselina acetylsalicylová

**Postup práce:**

Do 100 ml varnej banky dáme 2,5 g kyseliny salicylovej, 5 ml anhydridu kyseliny octovej a niekoľko kvapiek koncentrovanej kyseliny sírovej. Reakčnú zmes dobre miešame. Teplota pritom samovoľne stúpa (na 70-80oC) a kyselina salicylová sa postupne rozpúšťa. V banke nám vzniká nám kašovitá hmota.

Do banky následne pridáme 25 ml vody a opäť dobre rozmiešame.

Produkt odsajeme na Büchnerovom lieviku, vysušíme, odvážime, vypočítame výťažnosť. Výsledný produkt má hmotnosť **2,321g** a výsledná výťažnosť má hodnotu **71,17%**. Z výsledného produktu odoberieme malé množstvo, ktoré dáme do malej skúmavky, v ktorej máme metanol a daný produkt rozpustíme.

S rozpusteným produktom budeme pracovať na chromatografii na tenkej vrstve (TLC). Vyrobenú a rozpustenú kyselinu acetylsalicylovú nanesieme pomocou tenkej kapiláry na silufolovú platničku o rozmeroch 3x5 cm. Na tejto platničke vyznačíme štart a poradie vzoriek. Na prvú pozíciu nakvapkáme kyselinu acetylsalicylovú, na druhú dáme kvapku acylpyrínu a na tretiu pozíciu kvapku acylcoffinu. Pri kvapkaní každej ďalšej vzorky si vždy trikrát očistíme kapiláru v acetóne. Nakvapkanú silufolovú platničku umiestnime do chromatografickej komôrky( v ktorej je sústava hexán : octan etylový v pomere 1:3), kde ju ponecháme na istý čas, kým nevznikne na okraji platničky viditeľná čiara – čelo. Vtedy platničku vyberieme pomocou pinzety a umiestnime pod UV lampu.Na platničke môžeme vidieť viditeľné škvrny, od nakvapkaných látok. Kyselina acetylsalicylová a Acylpyrín zanechávajú škvrnu na štarte a na čele. Acylcoffin na rozdiel od nich zanecháva škvrnu na štarte, v strede a na čele platničky. Vzdialenosti škvŕn od čela odmeriame a vypočítame RF faktor použitých zlúčenín. Výsledná hodnota RF pre kyselinu acetylsalicylovú je **0,71**, pre acylpyrín **0,71** a pre acylcoffin **0,2**. Po skončení pokusu, poumývame použité pomôcky a chemické sklo.

**Výsledky:**

**Výťažnosť:**

Kyselina salicylová – C7H6O3

m(C7H6O3)= 2,5g

M(C7H6O3)= 138,12 g.mol-1

n(C7H6O3)= m(C7H6O3) / M (C7H6O3)

n(C7H6O3)= 2,5/ 138,12

n(C7H6O3)= 0,018 mol

ζ = n / υ

ζ = 0,018/ 1

ζ = 0,018 (pre celú reakciu)

n(C9H8O4)=0,25 mol

m(C9H8O4)= n(C9H8O4) . M(C9H8O4)

m(C9H8O4)= 0,018 . 180,157

m(C9H8O4)= 3,261 g

Teoretický získaná hmotnosť kyseliny acetylsalicylovej (C9H8O4)= 3,261 g

Experimentálne získaná hmotnosť kyseliny acetylsalicylovej (C9H8O4) = 2,321 g

η = m(exp.) / m(teoret.) . 100%

η = 2,321 / 3,261 . 100%

η = 71,17 %

**Výpočet RF:**

RF- a/b

a-vzdialenosť danej škvrny od začiatku

b- vzdialenosť čela rozpúšťadla od štartu

*Kyselina acetylsalicylová:*

b= 35 mm

a= 25 mm

RF= a/b

RF= 25/35

**RF= 0,71**

*Acylpyrín:*

b= 35 mm

a= 25 mm

RF= a/b

RF= 25/35

**RF= 0,71**

*Acylcoffin:*

b= 35 mm

a= 7 mm

RF= a/b

RF= 7/35

**RF= 0,2**

**Záver:**

Pri tomto cvičení sme mali za úlohu vyrobiť kyselinu acetylsalicylovú. Počas prípravy tohto produktu sme použili varnú banku s tyčinkou, s ktorou sme miešali reakčnú zmes, ktorá pozostávala z kyseliny salicylovej, acetanhydridu a kyseliny sírovej. Pri miešaní reakčnej zmesi stúpa teplota a obsah banky tuhne. Následne sme ho zaliali s vodou. Potom sme použili aparatúru na odsávanie. Vzniknutý produkt má hmotnosť **2,321g** a výsledná výťažnosť mala hodnotu­­­­­­ **71,17%**. Následne sme rozpustili malé množstvo vyrobenej kyseliny acetylsalicylovej v metanole v malej skúmavke. Naniesli sme malé množstvo produktu pomocou sklenenej kapiláry na silufolovú platničku a potom sme naniesli taktiež roztok acylpyrínu a acylcoffinu. Následne sme umiestnili platničku do chromatografickej komôrky, kde je vyvíjaná sústava hexán : octan etylový v pomere 1:3. Na platničke môžeme vidieť vzniknuté škvrny, ktoré nám indikujú prítomnosť kyseliny acetylsalicylovej. Hodnoty RF majú hodnoty pre kyselinu acetylsalicylovú a acylpyrín **0,71** a pre acylcoffin **0,2**.

Typická RF hodnota pre kyselinu acetylsalicylovú je 0,85 a pre kofeín v acylcoffine 0,04 . Dôvodom nižšej výťažnosti môže byť nedostatočné odsatie produktu na Buchnerovom lieviku.