Jaroslav Mandzák

2.CHb 02

13.10.2008

**Protokol č.4**

Téma: *PRÍPRAVA KYSELINY ACETYLSALICYLOVEJ*

Úlohy: *Pripraviť kyselinu acetylsalicylovú a jej stanovenie pomocou chromatografie na tenkej vrstve*

Cieľ práce: *Kyselinu acetylsalicylovú pripravíme reakciou kyseliny salicylovej a anhydridu kyseliny octovej v prítomnosti kyseliny sírovej ako katalyzátora. Ide o esterifikačnú reakciu medzi hydroxyskupinou kyseliny salicylovej a acetanhydridom.*



*Chromatografia na tenkej vrstve (skratka TLC) je rychlá analytická metóda* [*analytickej chémie*](http://sk.wikipedia.org/w/index.php?title=Analytick%C3%A1_ch%C3%A9miaa&action=edit&redlink=1)*. V princípe ide o rozdeľovanie jednotlivých látok medzi postupujúcu pohyblivú (mobilnú) fázu* [*rozpúšťadla*](http://sk.wikipedia.org/wiki/Rozp%C3%BA%C5%A1%C5%A5adlo) *a pevnou (stacionárnou) fázou tenkej vrstvy. Podložkou môže byť sklenená doska alebo hliníkova resp. plastová fólia.*

*Silufolové platničky – hlinníkova fólia pokrytá vrstvou čistého oxidu kremičitého.*

**Nákres aparatúry:**



**Postup práce:**

1. Do 100 ml okrúhlej banky dáme 2,5 g kyseliny acetylsalicylovej, 5 ml anhydridu kyseliny octovej a 2 kvapky kyseliny sírovej. Reakčnú zmes dobre miešame.
2. Banku vo vodnom kúpeli zahrievame na teplotu 70 – 80°C, až kým sa kys. Acetylsalicylová postupne rozpustí.
3. Po 12-15 minútach teplota klesne na 35-40oC, pričom obsah banky stuhne.
4. Do banky pridáme 25 ml vody a dobre rozmiešame. Produkt odsajeme na Büchnerovom lieviku, vysušíme, odvážime, vypočítame výťažnosť.
5. Potom stanovíme teplotu topenia, ktorú porovnáme s údajom uvedeným v tabuľkách.

**Chromatografia na tenkej vrstve**

1. Približne 0,1 g kyseliny acetylsalicylovej pripravenej na cvičení rozpustíme v 2 ml metanolu v malej skúmavke.
2. Pre chromatografiu na tenkej vrstve použijeme Silufolové platničky LSL UV 254. Vystrihneme platničku 3 x 6 cm, označíme štart a poradie vzoriek. Na označené miesta nanesieme tenkou sklenenou kapilárou z každého roztoku tri krát.
3. Platničku umiestnime do chromatografickej komôrky a vyvíjame v sústave hexán : octan etylový v pomere 1:3. Keď čelo rozpúšťadla dôjde na vzdialenosť 1 cm od horného okraja, platničku vyberieme a necháme voľne vysušiť.
4. 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.

**Namerané hodnoty:**

praktický výťažok: PV = 1,911g

teplota topenia : ttop =109 – 113°C

výška štart – čelo rozp.: a = 39 mm

výška – acylpyrín: b = 32 mm

výška – vzorka: b = 32 mm

výška – acylcofin: b = 32 mm; 6 mm

**Výpočet výsledných hodnôt:**

$$ξ\_{1}= \frac{m}{M.ν}=\frac{2,5g}{138,124\frac{g}{mol}.1}=0,018 mol$$

$m \left(k.a.\right)= ξ.ν.M=0,018 mol . 1 .180,162\frac{g}{mol}=3,260 g$

*pozn.: k.a.=kyselina acetylsalicylová*

$R\_{F acp}= \frac{b}{a}= \frac{32 mm}{39 mm}=0,82 $$RV= \frac{PV}{TV}= \frac{1,911 g}{3,260 g}=0,5861=58,61\% $

$$ R\_{F vzo}= \frac{b}{a}= \frac{32 mm}{39 mm}=0,82 $$

$$R\_{F acc}= \frac{b}{a}= \frac{32 mm}{39 mm}=0,82 pre kys.acetylsalicylovu$$

$$R\_{F acc}= \frac{b}{a}= \frac{6 mm}{39 mm}=0,15 pre cofein$$

**Záver:** *Reakciou kyseliny salicylovej a anhydridu kyseliny octovej v prítomnosti kyseliny sírovej ako katalyzátora sme pripravili kyselinu acetylsalicylovú, ktorej výťažnosť bola 58,61%. Teplota topenia bola stanovená v intervale 109 – 113°C. Tenkovrstvovou chromatografiou bola po porovnaní so štandardmi dokázaná prítomnosť kys. acetylsalicylovej v pripravenej vzorke*