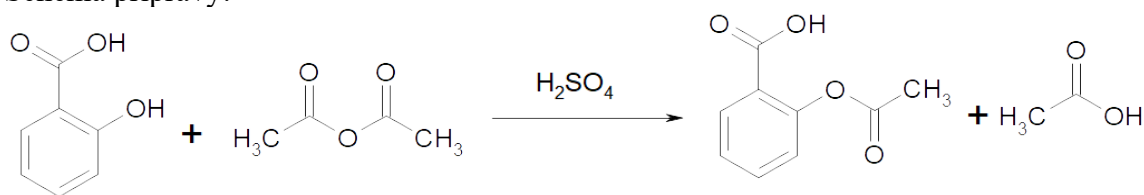


3. Kyselina acetylsalicylová

Chemický název: kyselina 2-acetoxybenzoová

Připravuje se jednoduchou acetylací kyseliny salicylové acetanhydridem.

Schéma přípravy:



Chemikálie:

kyselina salicylová

0,05 mol [138,12]

acetanhydrid

0,13 mol [102,09] *hustota na štítku lahve*

kys. sírová cca 96%

10 kapek

Příprava: Do Erlenmayerovy baňky se odváží 0,05 mol kyseliny salicylové a smíchá s 0,13 mol acetanhydridu a důkladně se protřepe, až vznikne homogenní směs. Potom se přidá 10 kapek konc. kyseliny sírové a opět protřepe. Teplota reakčního prostředí samovolně stoupne asi na 45°C a začnou se vylučovat krystaly kyseliny acetylsalicylové. Pokud by tak nenastalo, vyvoláme tvorbu krystalů třením tyčinkou o stěnu baňky. Obsah necháme ještě asi 30 min krystalovat a potom reakční produkt přeneseme do 140 ml vody a krátce zahřejeme do rozpuštění. Roztok přefiltrujeme a necháme vychladnout. Vyloučené krystaly kyseliny acetylsalicylové odsajeme a promýváme studenou vodou tak dlouho, až vymizí reakce na kyselinu sírovou, tj. do vymizení silně kyselé reakce na indikátorový papírek. Překrystalovat můžeme ze zředěného ethanolu.

Výtěžek je asi 90% teorie.

Ověření čistoty acetylsalicylové kyseliny vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC)

Nastavení chromatografu: (aktuální se může lišit – případně se informujete u vedoucího cvičení nebo laborantjka)

Čerpadlo LCP 4020: průtok 0,6 ml.min⁻¹, mobilní fáze methanol : voda: kys. octová 50:49:1

Detektor LCD 2083: λ=254 nm

Kolona: dle aktuálního stavu

Počítač: program Clarity Lite

Uvedení chromatografu do chodu a jeho vypnutí po ukončení analýz (provádí asistent nebo laborantka):

Zapneme síťovými spínači čerpadlo i detektor, spustíme počítač. Zkontrolujeme, zda je filtr na konci nasávací hadičky ponořen do správné mobilní fáze, stisknutím tlačítka Flow na ovládacím panelu detektoru ověříme nastavení průtoku, popř. stejně označeným otočným ovládacím prvkem změníme. Znovu stiskneme tlačítko Flow, zobrazená hodnota tlaku by měla být 0±0,3 MPa. Tlačítkem Start/Stop spustíme čerpadlo a necháme promývat kolonu nejméně 15 min. Hodnota tlaku by se měla ustálit na 10,5±0,5 MPa. Zkontrolujeme, zda je přepínač UV/VIS v dolní části ovládacího panelu detektoru přepnutý v poloze UV. Po nejméně 15 min. od zapnutí detektoru zapneme UV výbojku tlačítkem Lamp ON/OFF. Spustíme program Clarity, přepneme se do okna Acquisition Monitor a sledujeme závislost výstupního napětí detektoru na čase. Jakmile se ustálí (je to poznat i na displeji detektoru) a je-li hodnota na displeji detektoru jiná než 0±4, stiskneme tlačítko Zero na

detektoru. Hodnota na displeji by se měla rychle ustálit v blízkosti nuly. V tomto stavu, je-li už ustálená i hodnota tlaku, je chromatograf připraven k měření. Po skončení měření ukončíme Program Clarity a ukončíme Windows (=vypneme počítač), vypneme nejprve tlačítkem Lamp ON/OFF UV výbojku a pak detektor, kolonu necháme ještě nejméně 15 min. promývat mobilní fází bez obsahu kyseliny, pak zastavíme chod čerpadla tlačítkem Start/Stop po klesnutí tlaku na nulu vypneme síťovým vypínačem. Použitou stříkačku s jehlou a následně i dávkovací smyčku důkladně promyjeme mobilní fází bez obsahu kyseliny.

Postup vlastního stanovení: V odměrné baňce připravíme roztok vlastního vzorku acetylsalicylové kyseliny o přibližné koncentraci $0,1 \text{ mg.ml}^{-1}$ v mobilní fází. Do stříkačky natáhneme cca 0,3 ml tohoto roztoku. Ze stříkačky odstraníme odstříknutím ve svislé poloze vzduchové bubliny a nastříkneme do vstupního otvoru dávkovací smyčky dávkovacího ventilu tak, aby z výtokové kapiláry odkáply nejméně 2 kapky (ventil je v poloze Load, tj. vlevo; v případě nejistoty před nastříknutím vzorku zkusíme pootočit pákou ventilu doleva). Přepnutím páky do polohy Inject nadávkujeme vzorek na kolonu a zároveň spustíme analýzu v programu Clarity. Analýzu necháme běžet cca 5 min., během ní přepneme páku dávkovacího ventilu zpět do polohy Load, pak analýzu ukončíme stisknutím tlačítka Stop v levé horní části okna Data Acquisition, které je v průběhu celé analýzy na obrazovce. Na dolní liště obrazovky se přepneme do okna Chromatogram a opíšeme si retenční časy všech píků a jejich % celkové plochy. Celý postup opakujeme ještě jednou, z naměřených hodnot vypočítáme průměr. Celý postup provedeme rovněž se standardem salicylové kyseliny a na základě porovnání retenčních časů píků na chromatogramech vzorku a salicylové kyseliny určíme, zda vzorek obsahuje salicylovou kyselinu a případně, jaké je její přibližné procentuální zastoupení ve vzorku.

Do protokolu uveďte: průměrné retenční časy z chromatogramu acetylsalicylové kyseliny a % plochy jednotlivých píků, retenční čas kyseliny salicylové ze standardu a její procentuální zastoupení ve vzorku produktu.

Vlastnosti: Kyselina acetylsalicylová tvoří bílé jehličkovité krystaly t.t. $135\text{-}137^\circ\text{C}$, bez zápachu, slabě kyselé chuti, ve vodě málo rozpustné, dobře v ethanolu. Vodné roztoky se snadno rozkládají na kyselinu salicylovou a octovou. Zápach kyseliny octové signalizuje počátek rozkladu a nebo nedokonalé vyčištění produktu.

Používá se jako antipyretikum, analgetikum a protizánětlivá nesteroidní látka již více než 100 let. Dnes je využíván především její účinek antiagregační.