

Synteza aspiryny. Leki przeciwbólne. Chromatografia cienkowarstwowa.

Celem ćwiczeń jest wykonanie prostej syntezy organicznej, Wykorzystanie reakcji probówkowych do oceny czystości produktu oraz zapoznanie się z podstawami chromatografii cienkowarstwowej (TLC –thin layer chromatography).

Ćwiczenie obejmuje syntezę aspiryny, która jest pochodną dwufunkcyjnego kwasu salicylowego, w którym fenolowa grupa hydroksylowa została zestryfikowana kwasem octowym, porównanie właściwości aspiryny i kwasu salicylowego, ocenę czystości aspiryny, identyfikację substancji wchodzących w skład tabletki polopiryny, oraz analizę chromatograficzną wybranych leków przeciwbólowych.

Należy posiadać ołówek oraz próbkę leku przeciwbólowego (np. aspiryna, coldrex, panadol, polopiryna). Wszystkie operacje wykonujemy pod wyciągiem! Bezwodnik octowy jest trucizną. Należy chronić oczy przed światłem UV.

1. Synteza aspiryny (kwas acetylosalicylowy)

Odczynniki:

- kwas salicylowy – 10 g
- bezwodnik octowy 15 g (14 ml) ☠
- kwas siarkowy(VI) – 3 krople ☠

Wszystkie operacje wykonujemy pod wyciągiem!

kwas acetylosalicylowy: temperatura topnienia 129-133°C

W małej kolbie stożkowej (200-250 ml) z szeroką szyją umieszcza się 10 g kwasu salicylowego, 14 ml bezwodnika octowego i dodaje 5 kropli stężonego kwasu siarkowego(VI) (OSTROŻNIE), mieszając starannie zawartość kolby ruchem wirowym. Następnie mieszaninę ogrzewa się na łaźni wodnej w temperaturze 50-60° w ciągu 20 minut, mieszając ją jednocześnie bagietką (termometr służy wyłącznie do kontroli temperatury!). Ciecz w kolbie (lub białą masę) pozostawia się do ostygnięcia, mieszając od czasu do czasu, po czym dodaje się ok. 200 ml wody zdemineralizowanej. Po starannym wymieszaniu osad odsącza się pod obniżonym ciśnieniem na lejku Büchnera i przemywa niewielką ilością zimnej wody. Osad umieszcza się w papierowej łożdce (podpisanej ołówkiem) i zostawia do wysuszenia do następnych zajęć. Suchy osad należy zważyć i oddać prowadzącemu ćwiczenia. Obliczyć wydajność reakcji.

2. Polopiryna

Rozkruszoną tabletkę polopiryny wrzucić do próbówki z wodą, zaobserwować zjawiska, towarzyszące rozpuszczaniu. Po chwili odlać roztwór do innej próbówki, do osadu dodać kolejną porcję wody i kilka kropli roztworu jodu. Zaobserwować zmiany. Jaki składnik został wykryty w ten sposób?

3. Kompleksy fenoli z chlorkiem żelaza(III) FeCl₃.

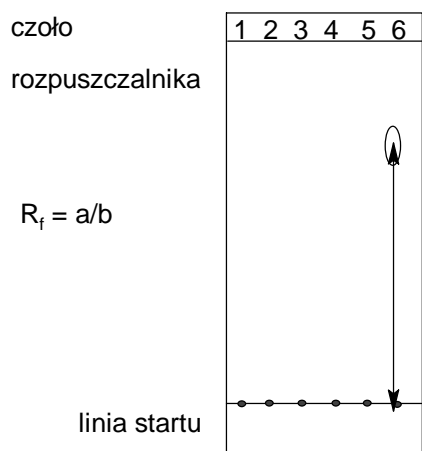
W trzech probówkach przygotować wodne roztwory (lub zawiesiny) kwasu salicylowego, czystej aspiryny oraz aspiryny otrzymanej w pierwszej części ćwiczenia. W czwartej probówce umieścić połowę roztworu z punktu 2. Do każdej probówki dodać kilka kropli roztworu FeCl₃. W piątej probówce zagotować zawiesinę aspiryny, ostudzić i także dodać kilka kropli roztworu FeCl₃. Powtórzyć tę próbę dla drugiej części roztworu z punktu 2. O czym świadczą uzyskane wyniki? jakiej reakcji ulega aspiryna w czasie ogrzewania?

Synteza aspiryny. Leki przeciwbólne. Chromatografia cienkowarstwowa.

4. Chromatografia cienkowarstwowa

Eluenty:

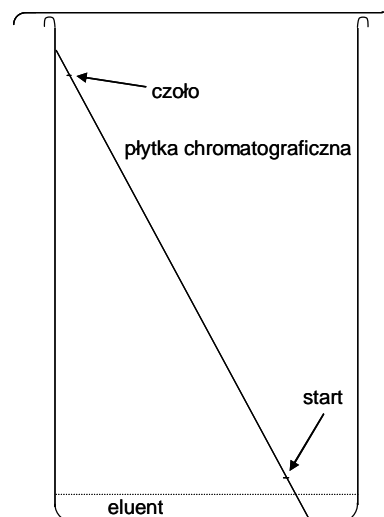
1. cykloheksan – chloroform – kwas octowy (4:5:1)
2. chlorek etylenu – aceton – etanol – heksan (5:1:1:2)



Uwaga! Powierzchni płytek nie dotykamy palcami!

Na dwóch otrzymanych płytkach zaznaczyć delikatnie ołówkiem linię startu (ok. 0,8–1 cm od krawędzi) i punkty nanoszenia poszczególnych substancji (aspiryna, kwas salicylowy, zsyntetyzowana aspiryna, paracetamol, próbka leku lub analiza nanoszona przez asystenta). Roztwory metanolewe substancji nanosi się ostrożnie przy użyciu kapilarek. Średnica plamek powinna być jak najmniejsza. Należy uważać, aby nie uszkodzić powierzchni płytki i nie zamieniać kapilarek.

Do komór chromatograficznych, zawierających odpowiedni eluent (warstwę o głębokości ok. 0,5 cm) wkłada się przygotowane płytki i obserwuje wędrówkę roztworów. Płytki wyjmuje się, gdy do górnej krawędzi pozostaje ok. 0,5 cm. Linię czoła rozpuszczalnika zaznacza się ołówkiem. Płytki po wysuszeniu (pod wyciągiem) ogląda się pod lampą UV (żel pokrywający płytki zawiera znacznik UV) i delikatnie zaznacza widoczne plamki oraz zapisuje ich zabarwienie w świetle UV. Następnie zwilża się powierzchnię płytek metanolem z roztworem FeCl_3 , suszy i notuje zabarwienie plamek. Należy obliczyć współczynnik R_f dla substancji wzorcowych oraz analizowanych, porównać zachowanie substancji w obu eluentach i na tej podstawie określić, jakie substancje znajdują się w analizowanej tabletkie leku przeciwbólowego. Czy zsyntetyzowana aspiryna zawiera nieprzereagowany kwas salicylowy?



Substancje czynne popularnych leków przeciwbólowych:

