

Šolski center Celje
Srednja šola za kemijo, elektrotehniko in računalništvo
Pot na Lavo 22



SINTEZA DIŠAVE METE IZ ASPIRINA

RAZISKOVALNA NALOGA

Področje:

KEMIJA

Avtor:

Matija FLORJAN, K-4.a

Mentorica:

Irena DROFENIK, univ. dipl. kem.

Mestna občina Celje, Mladi za Celje

Celje, 2023

Šolski center Celje
Srednja šola za kemijo, elektrotehniko in računalništvo
Pot na Lavo 22



SINTEZA DIŠAVE METE IZ ASPIRINA

RAZISKOVALNA NALOGA

Področje:

KEMIJA

Avtor:

Matija FLORJAN, K-4.a

Mentorica:

Irena DROFENIK, univ. dipl. kem.

Mestna občina Celje, Mladi za Celje

Celje, 2023

ZAHVALA

Največja zahvala gre mentorici prof. Ireni Drofenik za idejo o naslovu naloge, nasvete in pomoč pri izvedbi sintez in analize. Prav tako se ji zahvaljujem za odgovore na vsa moja zastavljena vprašanja in zavzemanje za uspeh moje raziskovalne naloge.

Zahvalil bi se tudi laborantki ge. Špeli Cvikl Tovornik in sošolcu Maticu Goršku za pomoč pri eksperimentalnem delu ter Bernardi Zalokar za lektoriranje te raziskovalne naloge.

Zahvala gre tudi Šolskemu centru Celje, ki mi je omogočil izvedbo raziskovalne naloge in priskrbel vse potrebne kemikalije ter inventar.

Na koncu pa se zahvaljujem še družini za podporo in spodbude na moji raziskovalni poti ter pomoč pri oblikovanju naloge.

POVZETEK

Namen izvajanja raziskovalne naloge je sintetizirati aromo mete iz tablet aspirina po dveh različnih postopkih. Vzorca obeh sintez primerjamo med seboj s tankoplastno kromatografijo, kjer vključimo še izhodno snov, torej acetilsalicilno kislino iz tablet aspirina, in kupljeno aromo mete. Postopka med seboj primerjamo in skušamo ugotoviti, kateri postopek je boljši, kjer upoštevamo izkoristek, čas izvedbe, zahtevnost in potratnost s kemikalijami. Pri prvem postopku sinteza poteka s sočasnim preestrenjem in esterifikacijo, pri drugem pa s hidrolizo acetilsalicilne kisline in nadaljnjo esterifikacijo. Oba postopka vključujeta čiščenje produktov v lijih ločnikih s hladno deionizirano vodo in nasičeno raztopino natrijevega hidrogenkarbonata (IV). Po koncu obeh sintez vzorca uspešno identificiramo s tankoplastno kromatografijo ter olje uporabimo še v praksi, da ga dodamo v kremo in milo. Po opravljenih sintezah, analizi in izračunih smo ugotovili, da sta retencijska faktorja vzorcev obeh postopkov enaka, nista pa enaka retencijskima faktorjema arome mete in izhodne snovi. Izkoristek prvega postopka je bil 32,26 %, drugega pa 14,41 %. Največje izgube smo pripisali obojestranskosti reakcij oziroma pretvorbi produktov nazaj v reaktante in površnemu čiščenju olja. Ker prvi postopek prekaša drugega v vseh pogledih, tako boljšemu izkoristku, krajšemu času izvedbe, manjši zahtevnosti in potratnosti kemikalij, lahko sklepamo, da je boljši.

Ključne besede: metil salicilat, aspirin, salicilna kislina, aroma mete, preestrenje, hidroliza estra, esterifikacija, refluktiranje, tankoplastna kromatografija, milo, krema.

KAZALO VSEBINE

| | |
|---|----|
| 1 UVOD..... | 1 |
| 1.1 Raziskovalni problem in uporabljene raziskovalne metode | 1 |
| 1.2 Hipoteze | 1 |
| 2 TEORETIČNI DEL..... | 2 |
| 2.1 Teoretične osnove eteričnega olja metil salicilata | 2 |
| 2.2 Teoretične osnove arome | 3 |
| 2.3 Teoretične osnove acetilsalicilne kisline | 3 |
| 2.4 Teoretične osnove salicilne kisline | 4 |
| 2.5 Teoretične osnove esterifikacije | 5 |
| 2.6 Teoretične osnove preestrenja..... | 5 |
| 2.7 Teoretične osnove refluktiranja | 6 |
| 2.8 Teoretične osnove tankoplastne kromatografije | 6 |
| 2.9 Teoretične osnove mila in umiljenja..... | 8 |
| 2.10 Teoretične osnove krem za roke | 9 |
| 3 PRAKTIČNI DEL | 10 |
| 3.1 Potrebščine..... | 10 |
| 3.2 Varnost pri delu in skrb za okolje | 12 |
| 3.3 Postopki dela..... | 12 |
| 3.3.1 Prvi postopek – sočasni reakciji preestrenja in esterifikacije..... | 12 |
| 3.3.2 Drugi postopek – hidroliza estra in esterifikacija..... | 14 |
| 3.3.3 Analiza produktov s tankoplastno kromatografijo | 17 |
| 3.3.4 Izdelava mila | 18 |
| 3.3.5 Izdelava kreme | 19 |
| 4 MERITVE IN IZRAČUNI | 20 |
| 4.1 Meritve..... | 20 |
| 4.2 Izračuni | 21 |
| 4.2.1 Izračuni za prvi postopek | 21 |
| 4.2.2 Izračuni za drugi postopek | 21 |
| 4.2.3 Izračuni retencijskih faktorjev | 23 |
| 5 REZULTATI IN RAZPRAVA | 24 |
| 6 ZAKLJUČEK | 28 |
| 7 LITERATURA | 29 |

SEZNAM SLIK

| | |
|---|----|
| Slika 1: Čisto olje zimzelen | 2 |
| Slika 2: Struktura metil salicilata..... | 2 |
| Slika 3: Gaultheria procumbens ali navadna gaulterija | 2 |
| Slika 4: Primer aromatične arome vanilje – vanilin | 3 |
| Slika 5: Struktura acetilsalicilne kisline | 4 |
| Slika 6: Acetilsalicilna kislina pri sobnih pogojih..... | 4 |
| Slika 7: Struktura salicilne kisline | 4 |
| Slika 8: Igličasti kristali salicilne kisline | 4 |
| Slika 9: Reakcija esterifikacije in hidrolize | 5 |
| Slika 10: Reakcijski mehanizem preestrenja | 6 |
| Slika 11: Naprava za refluktiranje | 6 |
| Slika 12: Izvedba ascendentne tankoplastne kromatografije..... | 7 |
| Slika 13: Struktura natrijevega mila | 8 |
| Slika 14: Primer reakcije umiljenja oz. saponifikacije | 8 |
| Slika 15: Prikaz emulgiranja..... | 9 |
| Slika 16: Škatla tablet aspirina znamke Bayer | 12 |
| Slika 17: Tableta aspirina, povečana | 12 |
| Slika 18: Aroma mete znamke Bergland | 12 |
| Slika 19: Prenašanje uprašenega aspirina v 250 mL čašo | 13 |
| Slika 20: Strganje aspirina iz terilnice | 13 |
| Slika 21: Filtriranje raztopine aspirina in metanola..... | 13 |
| Slika 22: Sestavljena aparatura za refluktiranje | 13 |
| Slika 23: Odparevanje topil na električnem mešalu | 13 |
| Slika 24: Pripravljena nasičena raztopina NaHCO_3 | 14 |
| Slika 25: Prvi del čiščenja produkta v liju ločniku..... | 14 |
| Slika 26: Odstranjevanje acetona z rotavaporjem | 15 |
| Slika 27: Sestavljena aparatura za hidrolizo acetilsalicilne kisline | 15 |
| Slika 28: Nučiranje nastale salicilne kisline | 15 |
| Slika 29: Sušenje salicilne kisline v eksikatorju..... | 15 |
| Slika 30: Tehtanje salicilne kisline na analizni tehtnici | 15 |
| Slika 31: Raztopljen salicilna kislina v metanolu s filter papirjem vred | 16 |
| Slika 32: Prenešena neuspešno ločena zmes produkta in nasičene raztopine NaHCO_3 | 16 |
| Slika 33: Nevtralizirana zmes metil salicilata in soli, nastalih pri nevtralizaciji..... | 16 |
| Slika 34: Meja med oljno in vodno fazo | 16 |
| Slika 35: Stacionarna faza, odstranjena iz komore, z označeno fronto mobilne faze | 17 |
| Slika 36: Stacionarna faza pod ultravijolično lučjo..... | 17 |
| Slika 37: UV komora..... | 17 |
| Slika 38: Primer izvedenega testnega kromatograma..... | 18 |
| Slika 39: Segrevanje mila za ulivanje na prenosnem električnem grelcu | 18 |
| Slika 40: Hlajenje ulitih mil v ledeni kopeli..... | 18 |
| Slika 41: Pripravljene kreme v plastičnih posodicah..... | 19 |
| Slika 42: Produkta obeh sintez | 24 |
| Slika 43: Kromatogram z označenimi lisami in fronto mobilne faze..... | 24 |
| Slika 44: Izdelana mila in kreme | 27 |

SEZNAM TABEL

| | |
|---|----|
| Tabela 1: Uporabljen inventar pri raziskovalni nalogi | 10 |
| Tabela 2: Uporabljene kemikalije pri raziskovalni nalogi | 10 |
| Tabela 3: Izvedene meritve za oba postopka..... | 20 |
| Tabela 4: Meritve volumnov posameznih topil mobilne faze pri kromatografiji | 20 |
| Tabela 5: Meritve dolžin potovanja mobilne faze in komponent od začetne črte..... | 20 |
| Tabela 6: Meritve količin dodanega olja metil salicilata v mila in kreme | 20 |
| Tabela 7: Izračunani retencijski faktorji za vse vzorce | 23 |
| Tabela 8: Retencijski faktorji vseh štirih snovi | 24 |

1 UVOD

1.1 Raziskovalni problem in uporabljene raziskovalne metode

Za raziskovalno nalogo sem si izbral organsko sintezo metil salicilata oziroma arome mete iz tablet aspirina. To temo sem si izbral predvsem zaradi tega, ker je moje zanimanje za organsko kemijo v zadnjih nekaj letih močno naraslo. Že preden se je v učnem programu tretjega letnika pojavil predmet organska kemija, sem si sam na spletu ogledal že vrsto videoposnetkov raznoraznih podobnih sintez. Navdušuje me ideja, da lahko iz kemikalij, ki jih najdem na trgovinskih policah lokalnih trgovin, sintetiziram vrsto zanimivih snovi in verjamem, da sinteza moje raziskovalne naloge to lepo prikaže. Prav tako zelo rad povezujem lastno znanje in si širim obzorja novih sintez ter analiz na tem področju, zato me je naslov te naloge takoj privlačil.

Pri nalogi sem si zadal izvedbo sinteze metil salicilata po dveh različnih postopkih, ki jih bom na kratko opisal. Prvi postopek je vključeval sočasni reakciji preestrenja in esterifikacije, drugi postopek pa sta sestavljali reakciji hidrolize estera in esterifikacije. Pri obeh postopkih so vse glavne reakcije sinteze vključevale metodo refluktiranja. V šoli smo izvedli le eno reakcijo na takšen način, zato mi je bilo zelo ljubo, ko sem lahko znanje v tej smeri širil dalje. Ker govorimo o organskih sintezah, ne smemo pozabiti na čiščenje in izolacijo nastalih produktov. Ta je v mojem primeru vedno potekala ali s filtriranjem ali v lijih ločnikih. Tudi ta korak mi ni predstavljal nobene težave. Z zanimanjem sem izvajal vsak naslednji korak in vzporedno označeval, katerih nečistoč sem se že znebil in katerih se še moram.

Ob koncu obeh sintez sem moral ugotoviti še pravilnost dobljenih vzorcev. Ker vonj sam po sebi ni dovolj trden dokaz, sem se odločil še za izvedbo tankoplastne kromatografije. Ta metoda me je vedno navduševala, zato sem jo brez pomislekov tudi izbral. Produkt in izhodne snovi so vse brezbarvne, zato sem kromatogram moral pogledati pod ultravijolično lučjo, kjer so prišle do izraza.

Zaključek laboratorijske vaje sem si popestrili z izdelavo odišavljenih krem in mil. Količino potrebnega olja smo določali s poizkušanjem, kar je v sklop resnega dela vneslo še malce zabave.

Namen izvajanja sinteze iste snovi po dveh postopkih je bil ugotoviti, kateri postopek daje višji izkoristek in je predvsem boljši ob upoštevanju porabljenega časa, zahtevnosti izvedbe in porabe drugih kemikalij, potrebnih pri reakcijah. Zanimalo me je tudi, kje so se pojavile napake, želel sem dognati, kako bi jih lahko v prihodnosti odpravil in s tem metodo izboljšal.

1.2 Hipoteze

Hipoteze, ki smo si jih zadali v raziskovalni nalogi, so sledeče:

1. z obema postopkoma sintetiziramo zadan produkt – metil salicilat,
2. pri drugem postopku bo zaradi uporabe dveh ravnotežnih reakcij namesto ene izkoristek nižji,
3. retencijska faktorja produktov obeh postopkov se bosta ujemala.

2 TEORETIČNI DEL

2.1 Teoretične osnove eteričnega olja metil salicilata

Metil salicilat z drugim, trivialnim, imenom tudi olje zimzelen spada med kisikove organske spojine, natančneje med estre. Je namreč metilni ester salicilne kisline z molekulsko formulo $C_8H_8O_3$. IUPAC ime se glasi metil 2-hidroksibenzoat. Pri sobnih pogojih je brezbarvna tekočina s prijetnim vonjem, ki spominja na mentol ali poprovo meto. Temperatura tališča znaša $-8,6\text{ }^{\circ}\text{C}$, vrelišča pa $222\text{ }^{\circ}\text{C}$. Njegova gostota pri $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ je višja od vode pri $1,174\text{ g/mL}$ in je v njej zelo slabo topen. Ker je hlapen, ga je potrebno shranjevati v dobro zatesnjeni posodi. Je škodljiv dihalom, jedek za kovine in kožo ter lahko povzroči akutne poškodbe. [12][13][14][15][16]

Olje zimzelen se imenuje zato, ker ga proizvajajo predvsem zimzelene rastline, najpogosteje rodu gaulterija (latinsko *Gaultheria*). V nižjih koncentracijah pa dišave ljudje povezujejo tudi z rastlinami rodu ustnatic (latinsko *Lamiaceae*), katerih najbolj prepoznaven predstavnik je meta. Olje se pojavlja še v rodovih rastlin medvejk (latinsko *Spiraea*), dreves brez (latinsko *Betula*) itd. [13][27]

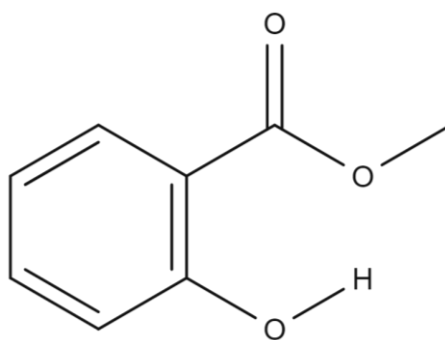
Pri rastlinah ima vlogo obrambe. Pri tistih, ki to olje proizvajajo v manjših količinah, ima vlogo prenašanja informacij o nevarnosti. Zaradi hlapnosti se lahko prenaša iz enega dela rastline na drugega in med posameznimi rastlinami. Ko druga rastlina zazna hlape te snovi, se sama odzove na nevarnost s svojimi obrambnimi mehanizmi. Pri rastlinah, ki proizvajajo to olje v večjih količinah, ima spojina vlogo direktne obrambe, kjer zaradi visoke koncentracije učinkovine deluje kot strup škodljivcem.

Metil salicilat je prvič pridobil francoski kemik Auguste André Thomas Cahours leta 1843 iz navadne gaulterije. Kasnejši postopki so vključevali destilacijo vejic že prej omenjenih rodov rastlin. Danes metil salicilat komercialno proizvajajo s postopkom esterifikacije salicilne kisline z metanolom. V nizkih koncentracijah (pod $0,04\%$) se uporablja kot aroma mete v žvečilkah in osvežilnih pastilah ali bombonih, pa tudi kot antiseptik v ustnih vodah. Uporaba sega tudi v medicino, kjer se uporablja kot dodatek grelnim gelom in služi zdravljenju sklepov in mišic. Ti delujejo na principu povzročanja blagega draženja na večji površini in s tem zmanjšajo občutek bolečine v določeni točki. Prav tako se ob prenosu skozi kožo pretvori v salicilate, ki zmanjšujejo bolečino (podobno kot aspirin). Njegovo implementacijo je mogoče zaslediti tudi v oljih za ločevanje sprjetih korodiranih delov, kot prenašalec barvila v kartušah tiskalnikov itn. [13]



Slika 1: Čisto olje zimzelen
(Vir:

http://www.sciencemadness.org/smwiki/images/b/b0/Methyl_salicylate.jpg, 2022)



Slika 2: Struktura metil salicilata



Slika 3: *Gaultheria procumbens* ali navadna gaulterija
(Vir: <https://trajnice-carniola.com/wp-content/uploads/2021/09/gaultheria-procumbens.jpg>, 2022)

2.2 Teoretične osnove arome

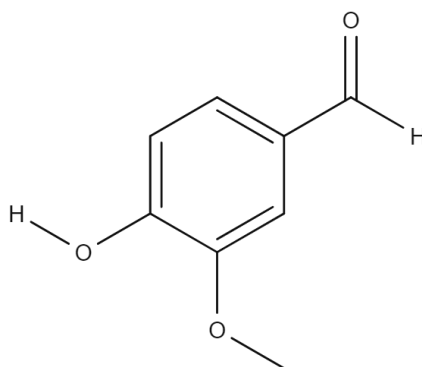
Arome ali dišave so kemijske snovi s specifičnim vonjem, ki je lahko ali prijeten ali neprijeten. Da določeno substanco uvrščamo med arome, more biti hlapljiva. Hlapi se prenašajo po zraku, dokler ne dosežejo našega vohalnega živca, ki možganom sporoči o zaznani vonjavi. Nekateri ljudje so na določene arome alergični. V splošnem velja, da imajo molekule arom molsko maso manjšo od 310 g/mol.

Arome srečamo v hrani, največ v sadju in njihovih olupkih, v vinu, začimbah, eteričnih oljih, smolah, parfumih in cvetovih nekaterih rastlin. Te nastanejo pri biokemičnih procesih zorenja sadja, cvetenja rastlin in fermentaciji.

Največ arom se porabi v prehrabni in kozmetični industriji, kjer se uporabljajo zato, da bi izdelke izboljšali in jih naredili bolj privlačne za potrošnike. Dišave se uporabljajo tudi kot dodatki nevarnim snovem brez vonja, kot so propan, zemeljski plin in vodik. Tako jih lahko ljudje zaznamo in se na njih ustrezno odzovemo.

Arome se delijo po kemijski strukturi na več skupin, in sicer na:

- estre, med katere spada metil salicilat,
- aromatične snovi,
- amine,
- alkohole,
- aldehide,
- ketone,
- terpene,
- laktone,
- tiole in
- določene druge spojine. [3]



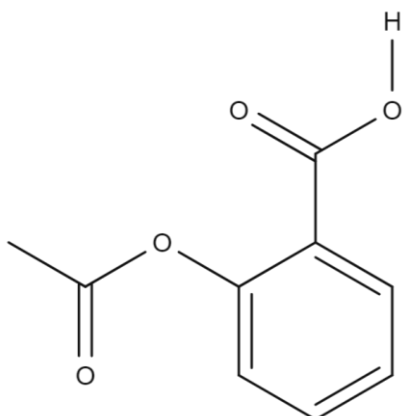
Slika 4: Primer aromatične arome vanilje – vanilin

2.3 Teoretične osnove acetilsalicilne kisline

Acetilsalicilna kislina s kratico ASA, pogosteje poznana pod imenom aspirin, se podaja z molekulsko formulo $C_9H_8O_4$. Pri sobnih pogojih je v obliki belega prahu brez vonja. Stali se pri 135 °C, a pri tej temperaturi že začne razpadati. Je malo topna v vodi in se bolje topi v dietil etru, acetonu in metanolu. Ob izpostavljenosti velikim koncentracijam povzroča akutne poškodbe. [1][2][5][6]

Industrijsko ga sintetiziramo po postopku esterifikacije med salicilno kislino in etanojskim anhidridom.

Največ acetilsalicilne kisline se porabi za medicinske namene. Je glavna sestavina v tabletah aspirina in deluje kot analgetik in antipiretik. Zaradi sposobnosti razredčitve krvi se pogosto uporablja tudi za preprečevanje srčnih zastojev. V tabletah so poleg zdravilne učinkovine dodana še veziva in drugi dodatki (najpogosteje koruzni škrob in celuloza). [1][2]



Slika 5: Struktura acetilsalicilne kisline



Slika 6: Acetilsalicilna kislina pri sobnih pogojih
(Vir: https://m.media-amazon.com/images/W/WEBP_402378-T1/images/I/71ufIkqOTvL._AC_SX679_.jpg, 2022)

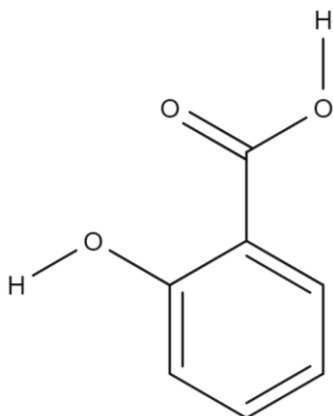
2.4 Teoretične osnove salicilne kisline

Salicilna kislina je pri sobnih pogojih v obliki težko stisljivih belih igličastih kristalov. Molekulska formula je $C_7H_6O_3$, njeno ime po sistemu IUPAC pa se glasi 2-hidroksibenzojska kislina. Je dobro topna v organskih topilih, kot sta metanol in aceton. Stali se pri $158,6\text{ }^{\circ}\text{C}$. [20][21][22][25]

Industrijsko ga pridobivamo z reakcijo natrijevega fenoksida z ogljikovim dioksidom ob visokem tlaku in temperaturi ter prisotnosti kislega medija.

Salicilno kislino najdemo v medicinskih izdelkih za zdravljenje aken in bradavic. Uporablja se tudi kot konzervans v prehranski industriji, kot sredstvo za uničevanje bakterij in kot antiseptik.

Soli in estri salicilne kisline se imenujejo salicilati. Tako metil salicilat, opisan v podpoglavju 2.1, in acetilsalicilna kislina, opisana v podpoglavju 2.3, spadata med derivate salicilne kisline, zato sta oba salicilata. [21]



Slika 7: Struktura salicilne kisline



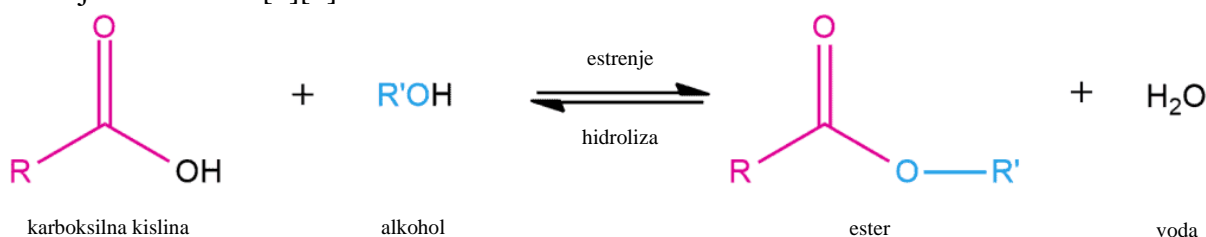
Slika 8: Igličasti kristali salicilne kisline
(Vir: <https://i.redd.it/75j6ew6hvp841.jpg>, 2023)

2.5 Teoretične osnove esterifikacije

Estri spadajo med organske kisikove spojine, za katere je značilna estrska skupina $-\text{COO}-$. Imajo prijeten vonj, zato se večinoma uporabljajo v kozmetični in živilski industriji, npr. v parfumih in aromah. V kemijskih analizah so še posebej pomembni kot topila. Med estre spadajo tudi poliestri in vse vrste lipidov. Estre je mogoče tudi nitrirati, pri čemer dobimo eksplozive, kot so nitroglicerini. Ime je sestavljeno iz alkoholnega dela, ki mu dodamo končnico $-\text{il}$ in kislinskega dela, ki mu dodamo končnico $-\text{at}$. [4][9]

Esterifikacija ali reakcija estrenja, imenovana tudi Fischerjeva esterifikacija, je reakcija med alkoholom in kislinskim derivatom ob prisotnosti higroskopske snovi, običajno žveplove (VI) kisline. Reakcija je obojestranska, kar nakazuje obojestranska puščica v zapisu reakcije. To pomeni, da se nekaj produktov pretvori nazaj v reaktante, dokler se v zmesi ne vzpostavi ravnotežje. Z dodajanjem reaktantov in odstranjevanjem estra ali vode, nastale pri reakciji, lahko ravnotežje pomaknemo v stran produktov. Ravnotežje je definirano s konstanto ravnotežja, ki jo označimo s K_c , in predstavlja razmerje med produktoma koncentracij produktov in reaktantov. [4][9][15][25]

Obraten proces esterifikacije se imenuje hidroliza estra. Poteka lahko v kislem ali bazičnem mediju. Ob uporabi kislega medija nastane alkohol in karboksilna kislina, ki sta gradila ester, pri uporabi bazičnega medija oz. hidroksida pa poleg alkohola nastane sol. Slednji postopek se imenuje tudi saponifikacija ali umiljenje in je metoda za izdelavo mil. Obe reakciji sta kot estrenje ravnotežni. [4][9]



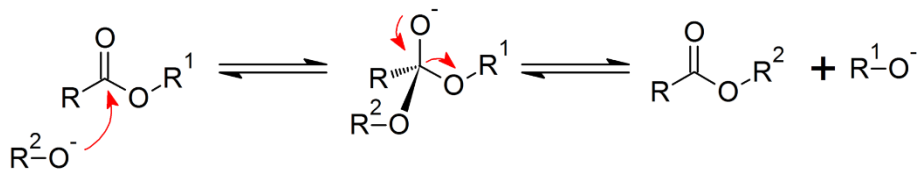
Slika 9: Reakcija esterifikacije in hidrolize

(Vir: <https://chemistryscore.com/wp-content/uploads/2019/11/esterification1-1024x212.png>, 2022)

2.6 Teoretične osnove preestrenja

Pri reakciji preestrenja gre za zamenjavo alkoksi skupine estra z drugim alkoholom. Te reakcije so običajno katalizirane z dodatkom kislega ali bazičnega medija in v redkih primerih tudi encima. Pri uporabi kislega medija kot katalizatorja kislina odda vodikov proton karbonilni skupini, zaradi česar ta postane elektrofil, ki se nato veže z alkoholom. Pri bazičnem mediju gre za obraten proces, kjer baza odvzame proton alkoholu, zaradi česar ta postane močnejši nukleofil, ki reagira s karbonilno skupino. Reakcija je obojestranska, zato tudi tukaj veljajo iste zakonitosti ravnotežja, kot so bile omenjene pri esterifikaciji pod točko 2.5. [16][26]

Ta reakcijski mehanizem se uporablja pri izdelavi poliestrov, kot je polietilen tereftalat s kratico PET ali PETE. Pri tej reakciji reagirajo molekule dikarboksilnih kislin in diolov, pri PET sta to tereftalna kislina in etilenglikol, pri čemer nastanejo dolge polimerne enote. Stranski produkt se navadno odpari, kar ohranja reakcijo. Obraten proces od prej navedenega se imenuje metanoliza (angleško methanolysis), ki se uporablja za reciklažo poliestrov in pretvorbo trigliceridov v biodizel. Postopek preestrenja se pojavi tudi pri predelavi olj, kjer ob prisotnosti nenasičenih maščob predelajo nasičene maščobe v mešanico nasičenih in nenasičenih maščob. Tako pridobivamo mazljiva masla. [26]

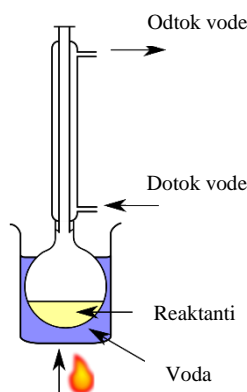


Slika 10: Reakcijski mehanizem preestrenja

(Vir: https://en.wikipedia.org/wiki/Transesterification#/media/File:General_transesterification_mechanism.png, 2022)

2.7 Teoretične osnove refluktiranja

Refluktiranje je metoda, ki vključuje kondenzacijo par in vrnitev kondenzata nazaj v reakcijsko zmes. Uporablja se tako v industriji kot tudi v laboratorijih. V slednji aplikaciji se uporablja predvsem takrat, ko je potrebno energijo dodajati reakciji dalj časa, brez da bi pri tem izgubili topilo. Uporaba v industriji se deli na naftne rafinerije, petrokemične in kemične tovarne ter predelovalne obrate zemeljskega plina. V teh obratih se uporablja predvsem pri rektifikaciji. [18]



Slika 11: Naprava za refluktiranje

(Vir: https://en.wikipedia.org/wiki/Reflux#/media/File:Reflux_labeled.svg, 2022)

2.8 Teoretične osnove tankoplastne kromatografije

Beseda kromatografija je sestavljena iz grških besed chroma, ki pomeni barva, in graphein, ki pomeni pisati. Kromatografije delimo po fizikalno-kemijskih procesih na:

1. adsorpcijsko kromatografijo,
2. kromatografijo na ionskem izmenjevalcu in
3. porazdelitveno kromatografijo, kamor spada tudi naša uporabljena metoda, tankoplastna kromatografija.

Tankoplastna kromatografija je poznana tudi pod kratico TLC (thin layer chromatography) in se je razvila iz papirne kromatografije ter je ena najpopularnejših kromatografij. Gre za separacijsko metodo, ki deluje na principu adsorpcije oziroma desorpcije komponente na stacionarni fazi in različnih topnostih komponent v mobilni fazi. Stacionarna faza miruje in je trdna, najpogosteje narejena iz silikagela ali aluminijevega oksida, pritrjenega na inertno ploščico, ki je običajno izdelana iz aluminija, stekla ali plastike. Mobilno fazo sestavlja zmes različnih topil v tekočem agregatnem stanju. Največkrat poteka navzgor ali ascendentno, poznamo pa tudi izvedbo v horizontalni smeri z uporabo centrifugalne sile ali brez, kjer mobilna faza priteka iz sredine in dvodimenzionalno, pri kateri stacionarno fazo po določenem času zavrtimo za 90 ° ter nadaljujemo s kromatografijo do konca. Komponenta ne potuje visoko, če se dobro adsorbira na stacionarno fazo in je slabo topna v mobilni fazi ter potuje s fronto mobilne faze, če je v njej dobro topna in se slabo adsorbira na stacionarno fazo. Na potovanje komponente pri TLC vpliva predvsem zgradba ter lastnosti obravnavane komponente.

Tankoplastna kromatografija običajno poteka navzgor (ascendentno) v kromatografski komori, ki je sestavljena iz steklene posode s kovinskim pokrovom. Na stacionarni fazi s svinčnikom 2 cm od spodnjega roba narišemo startno črto in na njej označimo izbrano število enakomerno razporejenih mest, na katere naneseemo vzorce. Pripravljeni stacionarno fazo vstavimo v že s toplili nasičeno kromatografsko komoro. S kromatografijo prenehamo preden fronta mobilne faze doseže vrh stacionarne faze. Na slednji takoj označimo fronto mobilne faze in počakamo, da se posuši. Če lise komponent niso v človeškem vidnem spektru, jih lahko obarvamo s specifičnimi reagenti ali za kromatografijo uporabimo stacionarno fazo s fluorescentnim namazom. Pri slednjih lise pridejo do izraza pod UV svetlobo določene valovne dolžine. Lisa mora praviloma biti okrogle ali koničaste oblike. Vsaki določimo težišče in jo označimo. V primeru, da je spodnji del lise temnejši, center premaknemo nižje od teoretičnega središča. Izmerimo prepotovane poti mobilne faze in posameznih lis od startne črte ter določimo retencijske faktorje, ki se izračunajo po sledeči enačbi:

$$R_f = \frac{d_i}{d}$$

kjer je:

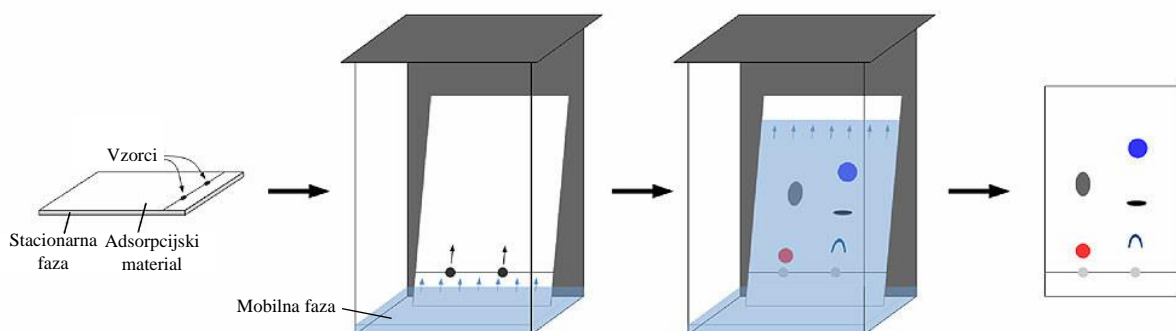
R_f retencijski faktor [],

d_i razdalja komponente od začetne črte (pot komponente) [mm] in

d razdalja mobilne faze od začetne črte (pot mobilne faze) [mm].

Metoda se uporablja tako za kvalitativno kot tudi kvantitativno analizo, a je slednja redkeje uporabljena. Za kvalitativno analizo poleg našega vzorca na stacionarno fazo naneseemo še standarde, katerih kemijsko sestavo poznamo, in izvedemo kromatografijo. Izračunane retencijske faktorje primerjamo in če se ti ujemajo z našim vzorcem, potem je snov identificirana. Analizira se lahko skoraj vsaka snov: pesticidi, steroidi, lipidi, ogljikovi hidrati, maščobe itd. Kvantitativna analiza poteka tako, da najprej izvedemo kromatografijo vzorca po že prej omenjenih korakih. Ker se lahko tvori več lis, identificiramo tisto naše iskane komponente in z uporabo denzitometra izmerimo intenziteto barve. S tem podatkom in že ustvarjeno umeritveno krivuljo je nato možno določiti koncentracijo našega neznanega vzorca. [24]

Poznamo tudi preparativno tankoplastno kromatografijo, pri kateri gre za pripravo oziroma izolacijo komponent za nadaljnjo uporabo. Pri tem se običajno zviša tudi njihova čistost, zato gre tukaj tudi za neke vrste tehniko čiščenja. Izvede se tako, da iz razvitega kromatograma postrgamo silikagel, ki se nahaja pod iskano liso, in ga ponovno raztopimo v topilu. Od tod naprej lahko s pomočjo filtracije in odparevanja topila popolnoma izoliramo komponento. [11]

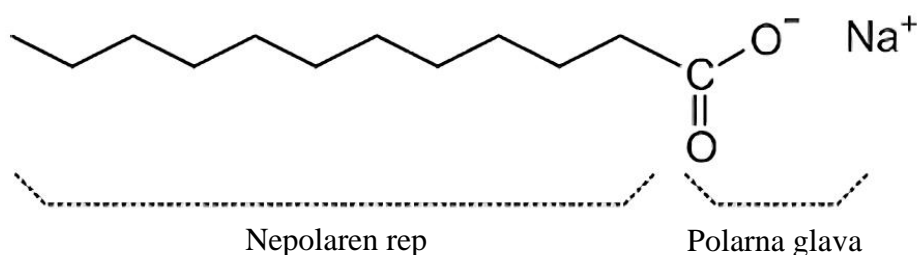


Slika 12: Izvedba ascendentne tankoplastne kromatografije
(Vir: https://mz-at.de/fileadmin/user_upload/MZ-DC-TLC_img1.jpg, 2022)

2.9 Teoretične osnove mila in umiljenja

Mila so soli višjih maščobnih kislin. Zmanjšujejo površinsko napetost vode in povezujejo nepolarne nečistoče s polarno vodo, torej so emulgatorji. Najpogostejši sta natrijevo in kalijevo milo. Natrijeva mila so trša, kalijeve pa mehkejša ali celo tekoča. Doma jih uporabljamo za umivanje in kopanje, v industriji pa služijo kot zgoščevalci in sestavine maziv. Prvi dokazi o uporabi mila segajo v leto 2800 pred našim štetjem, kjer so ga uporabljali v antičnemu Babilonu.

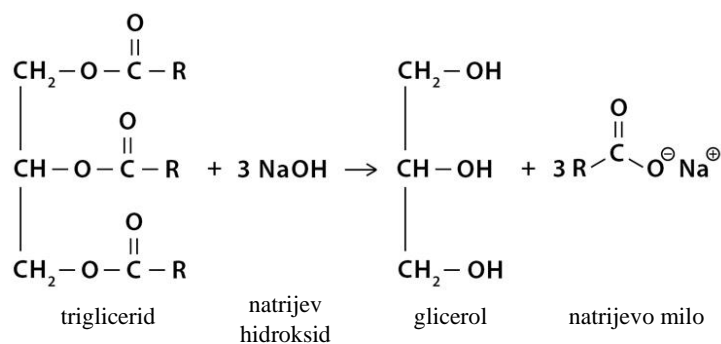
Ker gre za soli, imajo mila ionsko strukturo – kovinski kation in nekovinski anion. Dolga veriga ogljikovih in vodikovih atomov ima nepolaren oz. hidrofoben značaj, zato jo imenujemo nepolaren rep. Anionska skupina $-\text{COO}^-$ ima polaren oz. hidrofilen značaj in jo imenujemo polarna glava. Nepolaren del privlači nepolarne nečistoče, polaren pa polarno vodo.



Slika 13: Struktura natrijevega mila

(Vir: <https://qph.cf2.quoracdn.net/main-qimg-8580df85850ae0c0d35f3b8283b043b5-lq>, 2023)

Mila nastajajo pri reakciji umiljenja oz. saponifikacije. Gre za reakcijo bazične hidrolize trigliceridov, kjer en mol maščobe ob prisotnosti baze razpade na en mol glicerola in tri mole mila. Nastanek vrste mila je odvisen od uporabljene baze. Reakcija z natrijevim hidroksidom daje natrijeva mila, s kalijevim hidroksidom kalijeve mila itd.



Slika 14: Primer reakcije umiljenja oz. saponifikacije

(Vir: <https://www.chemistrylearner.com/wp-content/uploads/2021/06/Saponification.jpg>, 2023)

Ob dodatku mila v trdo vodo se tvori oborina. Ta nastane zaradi prisotnih magnezijevih in kalcijevih ionov, ki reagirajo in nadomestijo natrijev ali kalijev kation v molekuli. Posledično se zmanjša pralni učinek in tvori manj pene kot v destilirani vodi.

Kljub temu da mila spadajo med detergente, jih ne smemo enačiti. Detergenti so namreč sintetične snovi s popolnoma drugačno zgradbo. Največkrat imajo ionsko strukturo, poznamo pa tudi takšne, ki je nimajo (neionski detergenti in amfoterni detergenti). Njihova prednost je v tem, da v trdi vodi ne tvorijo netopnih soli zaradi česar je njihov pralni učinek boljši. Umetni detergenti vsebujejo še druge dodatke, kot so belila, encimi, dišave, mehčalci vode itn. [4][23]

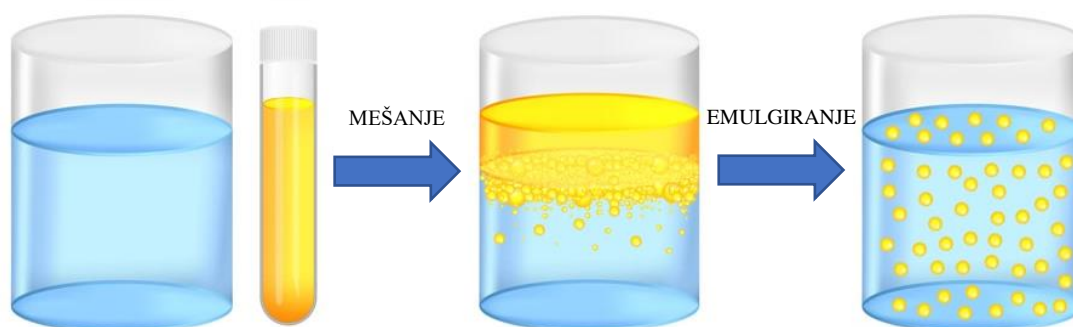
2.10 Teoretične osnove krem za roke

Emulzije so snovi, ki nastanejo zaradi razprševanja ene tekočine v drugi, pri čemer se nobena od tekočin ne mešata in raztapljata med seboj. Razpršena snov v emulziji je v obliki majhnih kapljic. Postopek nastanka kreme imenujemo emulgiranje ali dispergiranje.

Tekočino, ki jo dispergiramo v neki drugi tekočini in je množinsko v manjšini, imenujemo notranja faza, tekočino, ki pa v emulziji množinsko prevladuje, pa imenujemo zunanja faza. V vsaki emulziji velja težnja po razmešanju in ponovni ločitvi faz, ki izvira iz težnje po čim manjši površinski napetosti in posledično čim večji kontaktni površini posamezne faze. Prav zaradi tega je potrebna uporaba emulgatorja. To je snov, ki tvori mostovom podobne strukture med obema fazama v emulziji in jima tako preprečuje ponovno ločitev.

Uporabo emulzij lahko danes zasledimo v prehrabni industriji pri izdelavi majoneze, homogeniziranega mleka in margarine, v gasilstvu za gasilna sredstva, v kemijski sintezi polimerov in v zdravstvu.

Kreme so vrsta emulzij, kjer se notranja faza imenuje tudi oljna faza, zunanja faza pa vodna faza. Kreme se uporabljajo v farmaciji, frizerstvu, osebni higieni in kozmetiki. Poleg krem med emulzije uvrščamo še mazila, balzame in losjone. Gostota nastalega produkta je odvisna od razmerja obeh faz. Kreme so gostejše in vsebujejo več olj in emulgatorja, losjoni pa so redkejši in jih sestavlja več vode in manj emulgatorja. [7][8]



Slika 15: Prikaz emulgiranja

(Vir: <https://solutionpharmacy.in/wp-content/uploads/2021/05/oxTGN3QzXg-min.jpg>, 2023)

3 PRAKTIČNI DEL






3.1 Potrebščine


















V tabelah 1 in 2 je naveden ves uporabljen inventar in kemikalije.

Tabela 1: Uporabljen inventar pri raziskovalni nalogi

| Inventar: | |
|--------------------------------------|-----------------------------------|
| terilnica in pestilo, 1x | vodna črpalka, 1x |
| čša, 250 mL, visoka, 2x | eksikator, 1x |
| čša, 250 mL, nizka, 1x | UV komora, 1x |
| čša, 400 mL, 1x | kromatografska komora, 1x |
| čša, 600 mL, 1x | kromatografska plošča, 4x |
| čša, 1000 mL, 1x | kapalka, 13x |
| lij, kvantitativni, 1x | parafilm |
| filter papir, 3x | puhalka, 1x |
| bučka za destilacijo, 500 mL, 1x | nož, 1x |
| merilni valj, 10 mL, 1x | škarje, 1x |
| merilni valj, 25 mL, 1x | žlička, 1x |
| merilni valj, 250 mL, 1x | gumijasti modelček, 4x |
| laboratorijski hladilnik, 1x | plastična kadička, 1x |
| kristalizirka, 190 mm, 1x | plastična posodica s pokrovom, 3x |
| termometer, 150 °C, 1x | rotavapor, 1x |
| lij ločnik z zamaškom, 250 mL, 2x | električno mešalo, 1x |
| lij ločnik z zamaškom, 500 mL, 1x | mešalček, 1x |
| lij ločnik z zamaškom, 1000 mL, 1x | prenosna kuhalna plošča, 1x |
| steklena palčka, 2x | gorilnik, 1x |
| urno steklo, 2x | trinožno stojalo, 1x |
| erlenmajerica, ozko grlo, 100 mL, 2x | keramična mrežica, 1x |
| gumijasti zamašek, 2x | laboratorijsko stojalo, 2x |
| kapilara, 14x | mufa, 5x |
| vrelni kamenček, 6x | okrogla prižema, 1x |
| presesalna buča, 1x | račvasta prižema, 1x |
| nuča, 1x | filtrirni obroč, 3x |

Tabela 2: Uporabljene kemikalije pri raziskovalni nalogi

| Kemikalija: | GHS simboli: |
|--|--|
| aspirin znamke Bayer, $C_9H_8O_4(s)$, sestava: vsaj 500 mg ASA ter pomožne snovi (uprašena celuloza in koruzni škrob) |  - Akutna strupenost. |
| aroma mete znamke Bergland v tekočem agregatnem stanju, sestava: 100 % naravno eterično olje poprove mete (<i>Mentha piperita</i>) |  - Dihalom nevarno, mutageno,  - okolju nevarno. |
| metanol, $CH_4O(l)$ |  - Vnetljivo,  - smrtno nevarno,  - dihalom nevarno, mutageno. |

| | |
|--|---|
| žveplova (VI) kislina, $H_2SO_{4(aq)}$, 96 % |  - Jedko za kovine in kožo. |
| propan-2-on – aceton, $C_3H_6O_{(l)}$ |  - Vnetljivo,  - akutna strupenost. |
| klorovodikova kislina, $HCl_{(aq)}$, 37 % |  - Jedko za kovine in kožo,  - akutna strupenost. |
| natrijev hidrogenkarbonat (IV), $NaHCO_{3(s)}$ |  - Akutna strupenost. |
| natrijev karbonat (IV) – soda, $Na_2CO_{3(s)}$ |  - Akutna strupenost. |
| butan-1-ol, $C_4H_{10}O_{(l)}$ |  - Vnetljivo,  - jedko za kovine in kožo,  - akutna strupenost. |
| etanol, $C_2H_6O_{(l)}$ |  - Vnetljivo,  - dihalom nevarno, mutageno,  - akutna strupenost. |
| etanojska kislina, $C_2H_4O_{2(l)}$ |  - Vnetljivo,  - jedko za kovine in kožo. |
| etil acetat, $C_4H_8O_{2(l)}$ |  - Vnetljivo,  - akutna strupenost. |
| Prozorno rastlinsko milo za ulivanje znamke Samson Kamnik, sestava: glicerinska mila, izdelana iz izbranih rastlinskih surovin | Ni nevarnosti. |
| Zeleno barvilo za milo znamke Soapy Lux, sestava: navedena | Ni nevarnosti. |
| Pripravek kreme, sestava: - vodna faza: deionizirana voda (71,0 %) in borna kislina (2,5 %), - oljna faza: beli vazelin (3,5 %) in parafinsko olje (9,0 %), - emulgator: laneette SX (14,0 %) | Ni nevarnosti. |

Vzorec v našem primeru so tablete aspirina znamke Bayer, ki vsebujejo vsaj 500 mg acetilsalicilne kisline. Tablete so bele barve brez vonja. So slabše topne v vodi in dobro topne v metanolu in acetonu. Niso trde, zato jih lahko brez težav stremo.



Slika 16: Škatla tablet aspirina znamke Bayer



Slika 17: Tableta aspirina, povečana

Proizvajalec arome mete, s katero bomo primerjali naša dobljena produkta, je Bergland. Pri sobnih pogojih je brezbarvna tekočina z intenzivnim vonjem po meti.



Slika 18: Aroma mete znamke Bergland

3.2 Varnost pri delu in skrb za okolje

Pri delu obvezno nosimo zaščitno haljo in očala. Ko rokujemo z nevarnimi kemikalijami nosimo zaščitne rokavice, razen če delamo z gorilnikom. Prelivanje kemikalij, izparevanje metanola in izvajanje tankoplastne kromatografije izvajamo v digestoriju. Po opravljeni vaji organske snovi zavržemo v ustrezno posodo za nehalogenirane organske odpadke (posoda 3). Kisline v raztopini nevtraliziramo s pomočjo nasičene raztopine natrijevega hidrogenkarbonata (IV) in natrijevega karbonata (IV). Nastale soli okolju niso nevarne in jih lahko zlijemo v odtok.

3.3 Postopki dela

3.3.1 Prvi postopek – sočasni reakciji preestrenja in esterifikacije

Na analizni tehtnici stehamo prazno 250 mL čašo. S pomočjo terilnice in pestila zmeljemo petindvajset 500 mg tablet aspirina ter jih prenesemo v že prej stehtano čašo (slika 19). Meljemo po največ deset tablet na enkrat in s tem preprečimo uhajanje aspirina iz terilnice. Z žličko iz terilnice postrgamo čim več prahu (slika 20) in čašo ponovno stehamo. Z 250 mL merilnim valjem odmerimo 200 mL metanola. Aspirin raztopimo v čaši in ga v več korakih s spiranjem prenesemo skozi naguban filter papir v 500 mL okroglo bučko (slika 21). Ostanek na filtru so dodatki in veziva v tabletah, kar zavržemo. V bučko dodamo še 25 mL koncentrirane žveplove (VI) kisline in mešalček.



Slika 19: Prenašanje uprašenega aspirina v 250 mL čašo



Slika 20: Strganje aspirina iz terilnice



Slika 21: Filtriranje raztopine aspirina in metanola

Bučko potopimo v vodno kopel na električnem mešalu, jo opremimo s povratnim hladilnikom in pričnemo s segrevanjem ter mešanjem (slika 22). Ko vodna kopel doseže 70 °C in začne vsebina bučke vreti, počakamo trideset minut, da reakcija poteče in se vzpostavi ravnotežje. Po omenjenih tridesetih minutah bučko dvignemo iz kopeli in počakamo, da se ohladi. Reakcijsko zmes z mešalčkom vred prenesemo v 400 mL čašo, jo postavimo na električno mešalo ter odparimo lahko hlapne snovi (metanol in nastali metil acetat) do približno 100 mL volumna (slika 23).



Slika 22: Sestavljena aparaturna za refluktiranje



Slika 23: Odparevanje topil na električnem mešalu

Pripravimo nasičeno raztopino natrijevega hidrogenkarbonata (IV) z raztapljanjem trdnega natrijevega hidrogenkarbonata (IV), dokler se ta ne neha raztapljati (slika 24). V 250 mL lij ločnik prelijemo zreducirano zmes in dodamo približno 100 mL ledene deionizirane vode, večkrat stresemo ter spodnjo plast prelijemo v naslednji lij ločnik (slika 25). Vanj dolijemo okoli 100 mL nasičene raztopine NaHCO_3 in stresamo. Ker gre za nevtralizacijo kisline in tvorbo ogljikovega dioksida moramo ventil redno odpirati, da lij ločnik zaradi povečanega tlaka ne poči. Ko plin iz zmesi ne izhaja več, spodnjo plast prelijemo v že stehtano 100 mL erlenmajerico, ki jo s produktom vred ponovno stehtamo na analizni tehtnici. Iz začetne mase aspirina in končne mase metil salicilata izračunamo izkoristek.



Slika 24: Pripravljena nasičena raztopina NaHCO_3



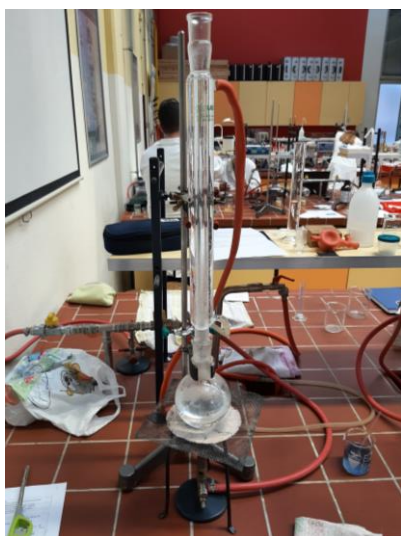
Slika 25: Prvi del čiščenja produkta v liju ločniku

3.3.2 Drugi postopek – hidroliza estra in esterifikacija

Kot pri prvem postopku, zapisanem pod točko 3.3.1, stremo in stehtamo prah petindvajsetih tablet aspirina na analizni tehtnici. Raztopimo ga v 100 mL acetona in ga v več korakih s spiranjem prefiltriramo skozi naguban filter papir v 500 mL okroglo bučko. Vpnemo jo v rotavapor in odparimo ves aceton (slika 26). Bučko vpnemo v laboratorijsko stojalo, dodamo 200 mL deionizirane vode, 10 mL koncentrirane klorovodikove kisline in tri vrelnne kamenčke. Vpnemo še laboratorijski hladilnik in pričnemo s segrevanjem nad gorilnikom (slika 27). Pustimo, da raztopina zavre in jo pustimo vreti trideset minut. Po preteklem času odstranimo gorilnik in počakamo nekaj časa, da se zmes ohladi. Skozi že stehtan filter papir vsebino nučiramo oz. vakuumsko filtriramo (slika 28), pri čemer vso steklovino, kjer se je nahajal vzorec, speremo z ledeno hladno deionizirano vodo. Kristale s filtrom vred prenesemo na urno steklo, jih posušimo v eksikatorju in stehtamo (sliki 29 in 30).



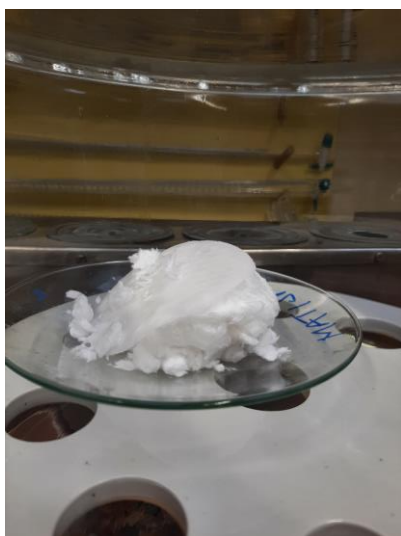
Slika 26: Odstranjevanje acetona z rotavaporjem



Slika 27: Sestavljena aparatura za hidrolizo acetilsalicilne kisline



Slika 28: Nučiranje nastale salicilne kisline

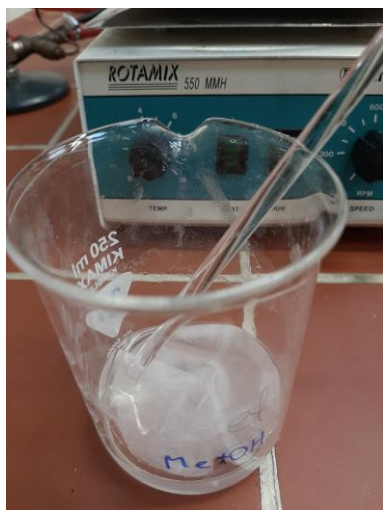


Slika 29: Sušenje salicilne kisline v eksikatorju



Slika 30: Tehtanje salicilne kisline na analizni tehtnici

Kristale s filtrom vred prenesemo v 250 mL čašo in jih raztopimo v 200 mL metanola (slika 31). Pri tem pazimo, da filter papirja ne natrgamo preveč. Raztopino brez filtra prelijemo v 500 mL bučko za destilacijo. To izvedemo večkrat z manjšimi volumni in spiranjem. Reakcija poteka v enaki aparaturi z istimi reagenti in enako dolgo kot v podpoglavju 3.3.1. Po izvedeni reakciji in ohladitvi reakcijske zmesi jo prenesemo v 500 mL lij ločnik ter dodamo približno 100 mL ledene deionizirane vode. Ker se plasti nista ločili, smo raztopino prenesli v litrsko čašo in dodali približno 400 mL preostale nasičene raztopine NaHCO_3 ter jo dokončno nevtralizirali z dodajanjem sode (sliki 32 in 33). Ko so se plasti ločile, smo celotni volumen prelili v litrski lij ločnik (slika 34) in spodnjo plast odlili v stehano 100 mL erlenmajerico. Stehano jo še s produktom vred. Iz začetne mase aspirina in končne mase olja izračunamo izkoristek.



Slika 31: Raztopljena salicilna kislina v metanolu s filter papirjem vred



Slika 32: Prenešena neuspešno ločena zmes produkta in nasičene raztopine NaHCO_3



Slika 33: Nevtralizirana zmes metil salicilata in soli, nastalih pri nevtralizaciji



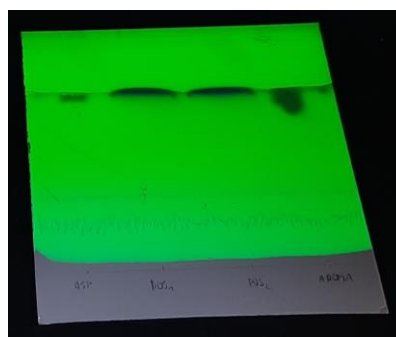
Slika 34: Meja med oljno in vodno fazo

3.3.3 Analiza produktov s tankoplastno kromatografijo

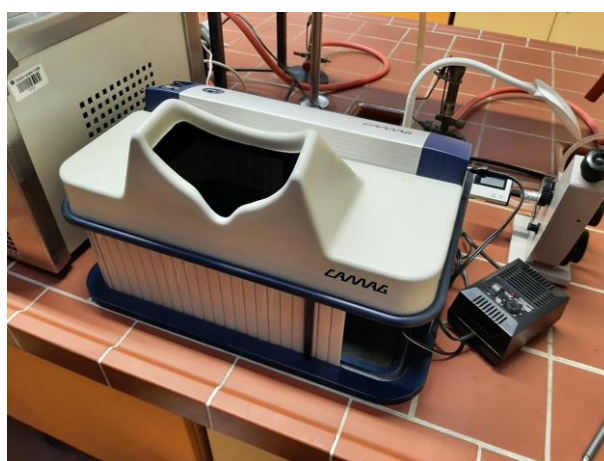
V kromatografsko komoro nalijemo 20 mL mobilne faze, ki je sestavljena iz po 4 mL vsakega izmed naslednjih topil: butan-1-ola, etanola, koncentrirane etanojske kisline, etil acetata in deionizirane vode. Izrežemo kromatografsko ploščico (stacionarno fazo) ustrezne velikosti za izbrano kromatografsko komoro. 2 cm od spodnjega roba s svinčnikom začrtamo startno linijo in na njej enakomerno razporejene točke, na katere s kapilarami naneseemo raztopino tablete aspirina in metanola, vzorec iz prvega in drugega postopka, razredčena z metanolom v razmerju 1 : 3, ter aromo mete. Stacionarno fazo vstavimo v komoro, nasičeno s topili. Ko je fronta mobilne faze oddaljena okoli 2 centimetra od vrha stacionarne faze, kromatografijo ustavimo in jo vzamemo iz komore ter takoj označimo fronto mobilne faze (slika 35). Stacionarno fazo pogledamo v UV komori, kjer se lise lepo vidijo, in jih označimo (sliki 36 in 37). Izmerimo dolžino poti mobilne faze in posamezne lise ter izračunamo retencijske faktorje.



Slika 35: Stacionarna faza, odstranjena iz komore, z označeno fronto mobilne faze



Slika 36: Stacionarna faza pod ultravijolično lučjo



Slika 37: UV komora

Kromatografije izvajamo že med samima postopkoma in s tem ugotavljamo ustreznost sestave mobilne faze, če se dobljen produkt razlikuje od izvorne snovi (različna retencijska faktorja) in ali se dobljeno olje ujema z aromo mete (enakost retencijskih faktorjev) (slika 38).



Slika 38: Primer izvedenega testnega kromatograma

3.3.4 Izdelava mila

Na prenosno kuhhalno ploščo postavimo vodno kopel, to je kristalizirka napolnjena z vodo. Že pripravljeno rastlinsko milo za ulivanje z nožem narežemo na manjše kocke in jih nekaj prenesemo v 600 mL čašo. Slednjo potopimo v vodno kopel ter pričnemo s segrevanjem in mešanjem s stekleno palčko (slika 39). Ko se vse milo stali, vanj dodamo 5 kapljic zelenega barvila Soapy Lux in ponovno premešamo. Vsebino prelijemo v 4 gumijaste kalupe. V eno polovico modelčkov dodamo po eno kapljico našega sintetiziranega olja zimzelen, v drugo pa po dve. Mila dobro premešamo in jih poškopimo z etanolom, da odstranimo nastale mehurčke na površini. Modelčke prestavimo v ledeno kopel ter jih pustimo na hladnem približno eno uro (slika 40). Ko so mila trda, jih odstranimo iz modelčkov. Pri tem moramo biti previdni, da jih ne zlomimo.



Slika 39: Segrevanje mila za ulivanje na prenosnem električnem grelcu



Slika 40: Hlajenje ulitih mil v ledeni kopeli

3.3.5 Izdelava kreme

Tri plastične posodice napolnimo s pripravkom kreme. V prvo posodico dodamo pol kapljice našega sintetiziranega olja zimzelen, v drugo eno in v tretjo pet kapljic. S stekleno palčko vsebino vsake posodice dobro premešamo (slika 41).



Slika 41: Pripravljene kreme v plastičnih posodicah

4 MERITVE IN IZRAČUNI

4.1 Meritve

V tabeli 3 so za vsak postopek ločeno navedene vse izvedene meritve.

Tabela 3: Izvedene meritve za oba postopka

| Postopek 1: | Postopek 2: |
|--|---|
| V(metanol) = 200 mL | V(acetone) = 100 mL |
| V(H ₂ SO ₄) = 25 mL | V(H ₂ O) = 200 mL |
| V(ledene H ₂ O) = 100 mL | V(HCl) = 10 mL |
| V(NaHCO ₃) = 100 mL | V(metanol) = 200 mL |
| | V(H ₂ SO ₄) = 25 mL |
| | V(ledene H ₂ O) = 200 mL |
| | V(NaHCO ₃) = 400 mL |
| m _{1.1} (čaja) = 138,6151 g | m _{2.1} (čaja) = 104,3189 g |
| m _{1.2} (čaja + aspirin) = 153,3675 g | m _{2.2} (čaja + aspirin) = 119,0656 g |
| m _{1.3} (erlenmajerica) = 53,8592 g | m _{2.3} (urno steklo + filter papir) = 76,1392 g |
| m _{1.4} (erlenmajerica + metil salicilat) = 57,8785 g | m _{2.4} (urno steklo + filter papir + salicilna kislina) = 83,7508 g |
| | m _{2.5} (erlenmajerica) = 43,8843 g |
| | m _{2.6} (erlenmajerica + metil salicilat) = 45,6792 g |

V tabeli 4 so navedeni volumni topil mobilne faze za izvedbo tankoplastne kromatografije.

Tabela 4: Meritve volumnov posameznih topil mobilne faze pri kromatografiji

| |
|-----------------------------|
| Sestava mobilne faze: |
| V(butan-1-ol) = 4 mL |
| V(etanol) = 4 mL |
| V(etanojska kislina) = 4 mL |
| V(etil acetat) = 4 mL |
| V(H ₂ O) = 4 mL |

V tabeli 5 so navedene meritve v povezavi z izračuni retencijskih faktorjev.

Tabela 5: Meritve dolžin potovanja mobilne faze in komponent od začetne črte

| Vzorec: | Pot mobilne faze: [mm] | Pot komponente: [mm] |
|--|---------------------------|-------------------------|
| aspirin znamke Bayer | 60 | 58 |
| aroma mete znamke Bergland | 60 | 55 |
| metil salicilat, pridobljen s prvim postopkom | 62 | 61 |
| metil salicilat, pridobljen z drugim postopkom | 61 | 60 |

V tabeli 6 so navedene meritve števila kapljic dodanega olja zimzelen milu in kremi.

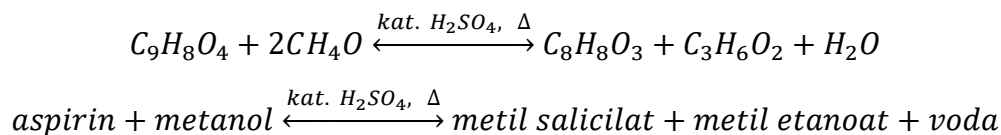
Tabela 6: Meritve količin dodanega olja metil salicilata v mila in kreme

| Izdelek: | Število kapljic dodanega metil salicilata: | | |
|----------|--|-------------------|-----------------|
| | Prvi dve mili: 1 | Drugi dve mili: 2 | |
| Milo | | | |
| Krema | Prva krema: 0,5 | Druga krema: 1 | Tretja krema: 5 |

4.2 Izračuni

4.2.1 Izračuni za prvi postopek

Reakcija, ki poteče (sočasno preestrenje in esterifikacija):



Izračun začetne mase acetilsalicilne kisline:

$$\begin{aligned} m(\text{acetilsalicilne kisline}) &= m_{1.2} - m_{1.1} \\ m(\text{acetilsalicilne kisline}) &= 153,3675 \text{ g} - 138,6151 \text{ g} \\ m(\text{acetilsalicilne kisline}) &= 14,7524 \text{ g} \end{aligned}$$

Izračun teoretične mase produkta, metil salicilata, po reakciji:

$$\begin{aligned} \frac{n(C_9H_8O_4)}{n(C_8H_8O_3)} &= \frac{1}{1} \\ \frac{m(C_9H_8O_4)}{M(C_9H_8O_4)} &= \frac{m(C_8H_8O_3)}{M(C_8H_8O_3)} \\ m(C_8H_8O_3)_{teor.} &= \frac{m(C_9H_8O_4) \times M(C_8H_8O_3)}{M(C_9H_8O_4)} \\ m(C_8H_8O_3)_{teor.} &= \frac{14,7524 \text{ g} \times 152,16 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{180,17 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ m(C_8H_8O_3)_{teor.} &= 12,4589 \text{ g} \end{aligned}$$

Izračun mase končnega produkta – metil salicilata:

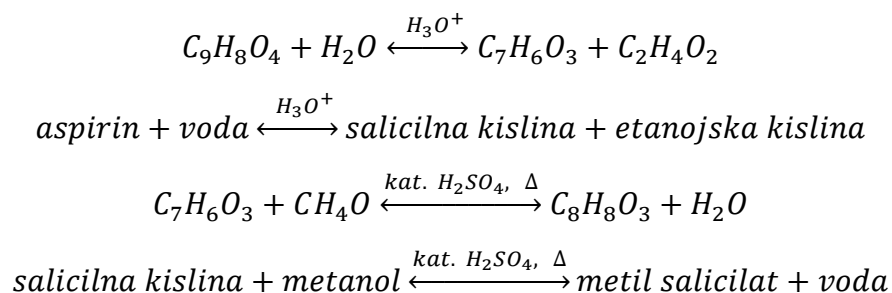
$$\begin{aligned} m(\text{metil salicilata})_{prak.} &= m_{1.4} - m_{1.3} \\ m(\text{metil salicilata})_{prak.} &= 57,8785 \text{ g} - 53,8592 \text{ g} \\ m(\text{metil salicilata})_{prak.} &= 4,0193 \text{ g} \end{aligned}$$

Izračun izkoristka metil salicilata prvega postopka:

$$\begin{aligned} \eta(\text{sinteze 1}) &= \frac{m(\text{metil salicilata})_{prak.}}{m(\text{metil salicilata})_{teor.}} \times 100 \% \\ \eta(\text{sinteze 1}) &= \frac{4,0193 \text{ g}}{12,4589 \text{ g}} \times 100 \% \\ \eta(\text{sinteze 1}) &= 32,26 \% \end{aligned}$$

4.2.2 Izračuni za drugi postopek

Rekciji, ki potečeta (hidroliza estra in esterifikacija):



Izračun začetne mase acetilsalicilne kisline:

$$\begin{aligned}m(\text{acetilsalicilne kisline}) &= m_{2.2} - m_{2.1} \\m(\text{acetilsalicilne kisline}) &= 119,0656 \text{ g} - 104,3189 \text{ g} \\m(\text{acetilsalicilne kisline}) &= 14,7467 \text{ g}\end{aligned}$$

Izračun teoretične mase salicilne kisline po hidrolizi acetilsalicilne kisline v salicilno kislino:

$$\begin{aligned}\frac{n(\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4)}{n(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)} &= \frac{1}{1} \\ \frac{m(\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4)}{M(\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4)} &= \frac{m(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)}{M(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)} \\ m(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)_{\text{teor.}} &= \frac{m(\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4) \times M(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)}{M(\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4)} \\ m(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)_{\text{teor.}} &= \frac{14,7467 \text{ g} \times 138,13 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{180,17 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ m(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)_{\text{teor.}} &= 11,3058 \text{ g}\end{aligned}$$

Izračun mase salicilne kisline po hidrolizi acetilsalicilne kisline v salicilno kislino:

$$\begin{aligned}m(\text{salicilna kislina})_{\text{prak.}} &= m_{2.4} - m_{2.3} \\m(\text{salicilna kislina})_{\text{prak.}} &= 83,7508 \text{ g} - 76,1392 \text{ g} \\m(\text{salicilna kislina})_{\text{prak.}} &= 7,6116 \text{ g}\end{aligned}$$

Izračun izkoristka hidrolize acetilsalicilne kisline v salicilno kislino:

$$\begin{aligned}\eta(\text{hidrolize ASA}) &= \frac{m(\text{salicilna kislina})_{\text{prak.}}}{m(\text{salicilna kislina})_{\text{teor.}}} \times 100 \% \\ \eta(\text{hidrolize ASA}) &= \frac{7,6116 \text{ g}}{11,3058 \text{ g}} \times 100 \% \\ \eta(\text{hidrolize ASA}) &= 67,32 \%\end{aligned}$$

Izračun teoretične mase produkta, metil salicilata, po reakciji esterifikacije:

$$\begin{aligned}\frac{n(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)}{n(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)} &= \frac{1}{1} \\ \frac{m(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)}{M(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)} &= \frac{m(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)}{M(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)} \\ m(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)_{\text{teor.}} &= \frac{m(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3) \times M(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)}{M(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3)} \\ m(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)_{\text{teor.}} &= \frac{11,3058 \text{ g} \times 152,16 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{138,13 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ m(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)_{\text{teor.}} &= 12,4541 \text{ g}\end{aligned}$$

Izračun mase končnega produkta – metil salicilata:

$$\begin{aligned}m(\text{metil salicilata})_{\text{prak.}} &= m_{2.6} - m_{2.5} \\m(\text{metil salicilata})_{\text{prak.}} &= 45,6792 \text{ g} - 43,8843 \text{ g} \\m(\text{metil salicilata})_{\text{prak.}} &= 1,7949 \text{ g}\end{aligned}$$

Izračun izkoristka metil salicilata drugega postopka:

$$\eta(\text{sinteze 2}) = \frac{m(\text{metil salicilata})_{\text{prak.}}}{m(\text{metil salicilata})_{\text{teor.}}} \times 100 \%$$
$$\eta(\text{sinteze 2}) = \frac{1,7949 \text{ g}}{12,4541 \text{ g}} \times 100 \%$$
$$\eta(\text{sinteze 2}) = 14,41 \%$$

4.2.3 Izračuni retencijskih faktorjev

$$R_f = \frac{d_i}{d}$$
$$R_f(\text{asprina}) = \frac{d_i(\text{aspirina})}{d(\text{mobilne faze pri aspirinu})}$$
$$R_f(\text{asprina}) = \frac{58}{60}$$
$$R_f(\text{asprina}) = 0,97$$

V tabeli 7 so navedeni izračunani retencijski faktorji za vse vzorce.

Tabela 7: Izračunani retencijski faktorji za vse vzorce

| Snov: | Retencijski faktor: [] |
|--|------------------------|
| aspirin znamke Bayer | 0,97 |
| metil salicilat, pridobljen s prvim postopkom | 0,98 |
| metil salicilat, pridobljen z drugim postopkom | 0,98 |
| aroma mete znamke Bergland | 0,92 |

5 REZULTATI IN RAZPRAVA

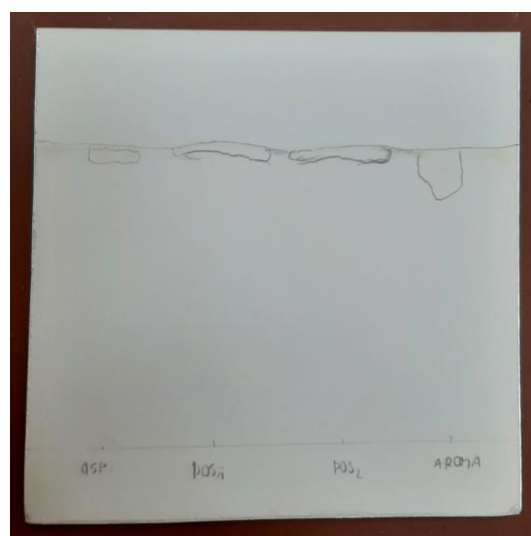
Po opravljeni vaji smo ugotovili, da zastavljene reakcije res potečejo. Pri prvem postopku je izkoristek znašal 32,26 %, pri drugem pa 14,41 %. V tabeli 8 so navedeni retencijski faktorji olj obeh postopkov, arome in aspirina. Ker se retencijska faktorja olj ne razlikujeta in sta lisi zelo podobne oblike, lahko govorimo o enakosti produktov, isto pa ne moremo reči za aromo mete in aspirin.

Tabela 8: Retencijski faktorji vseh štirih snovi

| Snov (na kromatogramu od leve proti desni): | Retencijski faktor: [] |
|--|-------------------------|
| aspirin znamke Bayer | 0,97 |
| metil salicilat, pridobljen s prvim postopkom | 0,98 |
| metil salicilat, pridobljen z drugim postopkom | 0,98 |
| aroma mete znamke Bergland | 0,92 |



Slika 42: Produkta obeh sintez



Slika 43: Kromatogram z označenimi lisami in fronto mobilne faze

Ob dobljenih rezultatih lahko vnaprej zastavljene hipoteze potrdimo ali ovržemo. Oglejmo si vsako zase.

Hipoteza 1: z obema postopkoma sintetiziramo zadan produkt – metil salicilat.

To hipotezo lahko brez težav potrdimo, saj se olji posameznih sintez med seboj ne razlikujeta niti v izgledu niti v vonju. Retencijska faktorja sta enaka, lisi na kromatogramu pa imata zelo podobni obliki.

Hipoteza 2: pri drugem postopku bo zaradi uporabe dveh ravnotežnih reakcij namesto ene izkoristek nižji.

Tudi drugo hipotezo lahko potrdimo, saj je bil izkoristek drugega postopka nižji za več kot dvakrat.

Hipoteza 3: retencijska faktorja produktov obeh postopkov se bosta ujemala.

Kakor prejšnji dve hipotezi lahko tudi to potrdimo, saj sta se retencijska faktorja po opravljeni analizi ujemala.

Vzemimo še vsak postopek ter analizo zase pod drobnogled ter ovrednotimo rezultate. Pri prvem postopku je izkoristek znašal že omenjenih 32,26 %. Izkoristek je dokaj nizek, kljub temu da imamo opravka z reakcijami v organski kemiji, kjer so ti že sami po sebi nižji. Izgube so se pojavile zaradi obojestranskosti reakcije, slabega spiranja steklovin in čiščenja v lijih ločnikih. Manjši izkoristek je bil tudi posledica lepljenja olja na stene steklovin in ostanka produkta v vodni fazi.

Do največjih napak je zagotovo prišlo zaradi obojestranskosti reakcije, pri kateri se je del nastalih produktov pretvoril nazaj v reaktante, dokler se ni ustvarilo ravnotežje. Za reakcije v organskih sintezah je to običajno. Ravnotežje bi z odstranjevanjem nastalih produktov in dodajanjem reaktantov lahko premaknili bolj v desno in s tem zvišali izkoristek reakcije. Prav tako bi refluktiranje lahko izvajali dalj časa, s čimer bi zagotovili vzpostavitev ravnotežja.

Sklepamo, da je krivec nižjega izkoristka, takoj za obojestranskostjo reakcije, dvostopenjsko čiščenje z lijem ločnikom. Pri samem ločevanju plasti je nekaj olja ostalo suspendiranega v vodni fazi. Olje je imelo visoko afiniteto k lepljenju na stene katere koli steklovine. Ta problem je do največjega izraza prišel prav pri čiščenju, saj se ves produkt ni usedel in tvoril plasti. Manjše kapljice olja so zato ostale na stenah lija ločnika. To težavo smo skušali odpraviti z rahlim tresenjem, ki je do neke mere bilo uspešno.

Vredno je omeniti tudi izgube pri prenašanju snovi iz ene steklovine v drugo, kjer je verjetno kljub intenzivnem spiranju nekaj vzorca ostalo v njih.

Za nižji izkoristek pri drugem postopku so krivi isti razlogi kot pri prvem, za katere veljajo isti postopki izboljšave in zmanjšanja le-teh. Ker pa je drugi postopek vključeval več korakov, so se napake pojavile tudi drugje, in sicer pri nučiranju salicilne kisline in zaradi večkratnega prenašanja snovi med steklovinami.

Sklepamo, da je nučiranje v dokaj veliki meri vplivalo na izkoristek. Po nučiranju je bilo v matični lužnici mogoče opaziti majhno količino belih kristalčkov salicilne kisline. To napako bi lahko odpravili z uporabo filtra z manjšimi porami. Izgube so se pojavile tudi pri prenašanju kristalov salicilne kisline iz nuče na in nato z urnega stekla v čašo, kjer je bilo nemogoče zagotoviti prenos vseh kristalov kljub našemu velikemu trudu.

Čiščenje produkta pri drugem postopku je imelo veliko večje posledice na izkoristek kot pri prvem. To sklepamo iz padca izkoristka v drugi reakciji, natančneje iz 67,32 % na končnih 14,41 %. Ker se pri spiranju s hladno vodo plasti nista ločiti, smo vsebino morali prenesti v litrsko čašo in jo nevtralizirati. Po neuspešni nevtralizaciji s preostalo nasičeno raztopino natrijevega hidrogenkarbonata (IV) smo morali poseči po sodi. Po nevtralizaciji je raztopina postala bistra, zaradi česar smo jo prenesli v nov lij ločnik in plasti uspešno ločili. Do tega problema je prišlo zaradi zelo podobnih gostot oljne in vodne faze. Težavo bi lahko odpravili z dodajanjem nepolarnega topila z nižjo gostoto, s katerim bi se metil salicilat mešal. Plasti bi se nato zlahka ločili, zmes olja in topila pa bi z destilacijo ponovno ločili. Poleg vsega je ločevanje ovirala tudi trdna kristalinična snov. Verjetno je šlo za nekakšen stranski produkt kot posledica nečistoč, a brez analize tega ne moremo potrditi. Ta problem je bil prisoten tudi pri prvem postopku, a je bil pri drugem bolj opazen, saj je te snovi bilo več in je nekaj celo ušlo zraven v končno maso olja. Posledično je dejanski izkoristek še nekoliko manjši od podanega na začetku tega poglavja.

Olji obeh sintez sta najverjetneje vsebovali manjšo količino vode, zato izkoristek ni popolnoma natančen. Preostale sledi vode bi bilo mogoče odstraniti z uporabo trdnine, ki nase veže vodo. Primera takšne snovi sta brezvodni kalcijev klorid in magnezijev sulfat (VI). Vzorca obeh postopkov sta vsebovala nečistoče, na kar nakazuje rumenkasta obarvanost, a lahko iz močno obarvanih lis obeh olj na kromatogramu sklepamo, da je bila prisotnost teh nizka.

Kot smo že omenili, smo vzorca ob koncu sintez primerjali s pomočjo tankoplastne kromatografije. Zraven produktov smo na stacionarno fazo dodali še aromo mete znamke Bergland in prah aspirina, raztopljenega v metanolu. Tudi metil salicilat smo redčili z metanolom, da bi se izognili sploščevanju lis, a je bila količina dodanega metanola premajhna. Retencijski faktor aspirina je znašal 0,97, arome mete 0,92, metil salicilata, pridobljenega po prvem in drugem postopku, pa 0,98. Potovanje metil salicilata s fronto mobilne faze nakazuje na to, da je bilo olje v mobilni fazi preveč topno in se na stacionarno fazo ni dobro adsorbiralo. To bi lahko odpravili z uporabo druge stacionarne faze in spremembo sestave mobilne faze. Slednjo smo eksperimentalno skušali določiti sami, a se optimalnim rezultatom še nismo uspeli približati. Lahko bi tudi počakali dlje časa, da bi se komora bolje nasičila in bi kromatografija posledično potekala bolje. Retencijski faktor olja se ne ujema z retencijskim faktorjem tako aspirina kot arome mete. Razlikovanje z aspirinom smo pričakovali, z aromo pa ne. Drugačen retencijski faktor je nedvomno posledica drugačne sestave arome, ki verjetno uporablja druge snovi za doseg iste vonjave. Ob pogledu na sestavo je to mogoče potrditi, saj aroma mete pretežno vsebuje eterično olje poprove mete in ne rastline, ki bi vsebovala olje zimzelen (npr. navadne gaulterije). Vredno je še dodati, da zaradi neustreznosti mobilne faze retencijski faktorji niso tako natančni, kot smo želeli.

Odgovor na vprašanje, katera sinteza je boljša, je zelo očiten. Prvi postopek daje višji izkoristek, je manj zahteven in manj potraten tako s kemikalijami kot tudi časom, za nameček pa je še manj kompleksen in lažje izvedljiv. Ne smemo pa pozabiti dejstva, da smo pri čiščenju produkta drugega postopka imeli veliko več težav kot pri prvem, zaradi česar bi izkoristek lahko bil višji. Za potrditev trditve na začetku odstavka bi morali izvesti več enakih sintez, najmanj tri pri vsakem postopku, in primerjati izkoristke. Oba postopka bi morali izvesti še s tabletami, ki ne vsebujejo acetilsalicilne kisline, in našo uporabljeno aromo mete ter ta vzorca vključiti v analizo s tankoplastno kromatografijo. Tako bi potrditi, da res reagira le acetilsalicilna kislina.

Za konec smo naše olje zimzelen uporabili pri izdelavi mila in kreme. Ugotovili smo, da je za izdelavo mila nam najprimernejša količina dve kapljici, za izdelavo kreme pa ena. Pri višjih količinah je pri obeh izdelkih vonj bil premočan, pri nizkih koncentracijah pa sploh ni prišel do izraza. Potrebna količina dodanega olja je bila zelo nizka, kar dodatno nakazuje na visoko koncentracijo končnega produkta. Pomembno je še dodati, da izdelki v tem stanju niso primerni za uporabo zunaj laboratorija. Kakor smo omenili v prejšnjih odstavkih, naše sintetizirano olje vsebuje nečistoče, katerih sestav ne poznamo. Prav te bi lahko ob daljši uporabi bile škodljive za kožo in zdravje. Poleg tega pri izdelavi nismo sledili nobenim smernicam zakonsko dovoljenih količin dodanih eteričnih olj. Pred predstavitvijo izdelka potrošnikom bi morali izvesti oceno varnosti in sestaviti poročilo o varnosti kozmetičnega izdelka ter s tem zagotoviti, da naš izdelek ni škodljiv za ljudi. [10]



Slika 44: Izdelana mila in kreme

6 ZAKLJUČEK

Pri raziskovalnem delu smo sintetizirali olje metil salicilat, ki se med drugimi uporablja kot aroma mete. Produkt smo sintetizirali iz tablet aspirina po dveh različnih postopkih. Prvi je potekal direktno, iz acetilsalicilne kisline do produkta s sočasnima reakcijama preestrenja in esterifikacije, drugi pa v dveh korakih, s hidrolizo estra in nadaljnjo esterifikacijo. Izkoristek prvega postopka je znašal 32,26 %, drugega pa 14,41 %. Retencijski faktor tako prvega kot drugega vzorca je bil 0,98. Do napak je prišlo na različnih mestih sintez, kar smo obrazložili v prejšnjem poglavju. Produkta obeh postopkov smo analizirali s tankoplastno kromatografijo. Primerjali smo retencijske faktorje vzorcev obeh postopkov, raztopljenega aspirina in kupljene arome mete. Retencijska faktorja vzorcev sta se ujemala, nista pa se ujemala z začetno snovjo in aromo mete, katerih retencijska faktorja sta znašala 0,97 in 0,92, kar smo pod točko rezultati in razprava ustrezno pojasnili. Produkt smo na koncu uporabili še za odišavljanje mila in kreme ter eksperimentalno ugotovili nam najbolj optimalno količino dodanega olja.

Po opravljenem laboratorijskem delu smo ugotovili, da so izkoristki organskih sintez običajno zelo nizki. Reakcije, ki potekajo v obe smeri, čiščenje produktov, lastnosti olj in tudi lastna površnost pri delu imajo vse vpliv na končni rezultat. Kljub nizkim izkoristkom smo uspešno sintetizirali zadan produkt. Skozi sintezo smo se naučili veliko novega. Obnovili smo znanje izračuna izkoristkov, refluktiranja, hidrolize estra, esterifikacije, čiščenja produktov in tankoplastne kromatografije, za povrh pa se prvič spoznali z reakcijo preestrenja. Obnovili smo tudi pravilno ločevanje odpadnih kemikalij in kako se ustrezno pripraviti ter zavarovati pred nevarnostmi, ki so nam pretile.

Nedvomno bi bilo mogoče v prihodnosti delo opraviti bolje in ga dodatno nadgraditi. Reakcije bi lahko izvajali dalj časa, produkte bi lahko bolj izolirali z destilacijo in dodajanjem higroskopsnih snovi ter s tem dosegli tudi višjo čistost. Destilacijo bi lahko celo izvajali pod znižanim tlakom in s tem še dodatno zmanjšali razgradnjo produkta. Do pravilnejšega izkoristka bi prišli tudi s tehtanjem mase samo acetilsalicilne kisline in ne z majhno količino dodatkov v tabletah, kar bi dosegli z raztapljanjem aspirina, filtracijo in sušenjem filtrata. Z ekstrakcijo olja iz vodne faze bi izgube dodatno zmanjšali in dosegli višji izkoristek. Končni produkt bi lahko podrobneje analizirali še z določevanjem gostote, lomnega količnika ter tališča in vrelišča. V prihodnosti bi lahko olje ekstrahirali iz rastline navadne gaulterije s pomočjo destilacije z vodno paro. To olje bi dajalo pravilnejše rezultate za primerjanje retencijskih faktorjev pri tankoplastni kromatografiji, kot jih je aroma mete, ki pravzaprav sploh ni vsebovala našega produkta. Prav tako bi za kromatografijo lahko uporabili drugačno mobilno in stacionarno fazo, s čimer bi dosegli verodostojnejše retencijske faktorje. Naše kozmetične izdelke bi morali dodatno preizkusiti in se prepričati, da so za kožo varni ter skladni s trenutno zakonodajo.

7 LITERATURA

1. Acetilsalicilna kislina, Wikipedija (online), 8. 10. 2022. Dostopno na naslovu: https://sl.wikipedia.org/wiki/Acetilsalicilna_kislina, 22. 12. 2022.
2. Acetylsalicylic acid, Sciencemadness Wiki (online), 20. 5. 2020. Dostopno na naslovu: http://www.sciencemadness.org/smwiki/index.php/Acetylsalicylic_acid, 22. 12. 2022.
3. Aroma compound, Wikipedia (online), 29. 10. 2022. Dostopno na naslovu: https://en.wikipedia.org/wiki/Aroma_compound, 7. 1. 2023.
4. A. Smrdu, KEMIJA, Snov in spremembe 3, Jutro, Ljubljana 2010.
5. Aspirin, Wikipedia (online), 16. 12. 2022. Dostopno na naslovu: <https://en.wikipedia.org/wiki/Aspirin>, 22. 12. 2022.
6. Aspirin safety data sheet, Sigma-Aldrich (online), 24. 8. 2021. Dostopno na naslovu: <https://www.sigmaaldrich.com/SI/en/sds/sigma/a2093>, 22. 12. 2022.
7. Emulsion, Wikipedia (online), 16. 1. 2023. Dostopno na naslovu: <https://en.wikipedia.org/wiki/Emulsion>, 2. 3. 2023.
8. Emulzija, Wikipedija (online), 27. 9. 2022. Dostopno na naslovu: <https://sl.wikipedia.org/wiki/Emulzija>, 2. 3. 2023.
9. Ester, Wikipedia (online), 9. 11. 2022. Dostopno na naslovu: <https://en.wikipedia.org/wiki/Ester>, 22. 12. 2022.
10. Kozmetični izdelki, portal GOV.SI, 7. 5. 2020. Dostopno na naslovu: <https://www.gov.si/teme/kozmeticni-izdelki/>, 31. 3. 2023.
11. Kromatografija, Wikipedija (online), 3. 4. 2022. Dostopno na naslovu: <https://sl.wikipedia.org/wiki/Kromatografija>, 11. 1. 2023.
12. Methyl salicylate, Sciencemadness Wiki (online), 20. 1. 2022. Dostopno na naslovu: http://www.sciencemadness.org/smwiki/index.php/Methyl_salicylate, 30. 12. 2022.
13. Methyl salicylate, Wikipedia (online), 4. 9. 2022. Dostopno na naslovu: https://en.wikipedia.org/wiki/Methyl_salicylate, 22. 12. 2022.
14. Methyl salicylate safety data sheet, Sigma-Aldrich (online), 22. 12. 2022. Dostopno na naslovu: <https://www.sigmaaldrich.com/SI/en/sds/SIAL/M6752>, 22. 12. 2022.
15. Nigel Braun, Making Wintergreen (a minty odor and flavoring), NileRed (online), 29. 5. 2014. Dostopno na naslovu: <https://youtu.be/IJLP2bcXDqY>, 30. 9. 2022.
16. Nigel Braun, Turning aspirin pills into mint flavor, NileRed (online), 18. 7. 2017. Dostopno na naslovu: <https://youtu.be/3NN9IUvrKi4>, 26. 9. 2022.
17. P. Glavič, et al., Kemijski slovar (online), 2019. Dostopno na naslovu: <https://www.fkkt.um.si/kslovar/index.php>, 22. 12. 2022.
18. Reflux, Wikipedia (online), 1. 12. 2022. Dostopno na naslovu: <https://en.wikipedia.org/wiki/Reflux>, 22. 12. 2022.

19. Safety Comes First: Common Laboratory Signs, BiteSize Bio, 16. 8. 2021. Dostopno na naslovu: <https://bitesizebio.com/28135/safety-comes-first-common-laboratory-signs/>, 22. 12. 2022.
20. Salicylic acid, Sciencemadness Wiki (online), 3. 8. 2020. Dostopno na naslovu: http://www.sciencemadness.org/smwiki/index.php/Salicylic_acid, 22. 12. 2022.
21. Salicylic acid, Wikipedia (online), 13. 12. 2022. Dostopno na naslovu: https://en.wikipedia.org/wiki/Salicylic_acid, 22. 12. 2022.
22. Salicylic acid safety data sheet, Sigma-Aldrich (online), 6. 9. 2022. Dostopno na naslovu: <https://www.sigmaaldrich.com/SI/en/sds/SIAL/105910>, 22. 12. 2022.
23. Soap, Wikipedia (online), 2. 2. 2023. Dostopno na naslovu: <https://en.wikipedia.org/wiki/Soap>, 24. 2. 2023.
24. Thin Layer Chromatography, Merck (online), 2022. Dostopno na naslovu: <https://www.sigmaaldrich.com/SI/en/applications/analytical-chemistry/thin-layer-chromatography>, 22. 12. 2022.
25. Tom, Making salicylic acid from aspirin, Tom's Lab (online), 4. 2. 2017. Dostopno na naslovu: <https://youtu.be/k8sn9YIp090>, 8. 10. 2022.
26. Transesterification, Wikipedia (online), 27. 10. 2022. Dostopno na naslovu: <https://en.wikipedia.org/wiki/Transesterification>, 22. 12. 2022.
27. Wintergreen, Wikipedia (online), 29. 11. 2022. Dostopno na naslovu: <https://en.wikipedia.org/wiki/Wintergreen>, 30. 12. 2022.

IZJAVA*

Mentor/-ica I. DROFENIK v skladu z 20. členom Pravilnika o organizaciji mladinske raziskovalne dejavnosti »Mladi za Celje« Mestne občine Celje, zagotavljam, da je v raziskovalni nalogi z naslovom SINTEZA DISAVE METAL katere avtor/-ica je MATIJA FLORJAN:
IZ ASPIRINA

- besedilo v tiskani in elektronski obliki istovetno,
- pri raziskovanju uporabljeno gradivo navedeno v seznamu uporabljene literature,
- da je za objavo fotografij v nalogi pridobljeno avtorjevo dovoljenje in je hranjeno v šolskem arhivu,
- da sme Osrednja knjižnica Celje objaviti raziskovalno nalogo v polnem besedilu na knjižničnih portalih z navedbo, da je raziskovalna naloga nastala v okviru projekta Mladi za Celje,
- da je raziskovalno nalogo dovoljeno uporabiti za izobraževalne in raziskovalne namene s povzemanjem misli, idej, konceptov oziroma besedil iz naloge ob upoštevanju avtorstva in korektnem citiranju,
- da smo seznanjeni z razpisni pogoji projekta Mladi za Celje.

Celje, 4. 4. 2023



Podpis mentorja
Marija Drofenik

Podpis odgovorne osebe
Sara D.

*

POJASNILO

V skladu z 20. členom Pravilnika raziskovalne dejavnosti »Mladi za Celje« Mestne občine Celje je potrebno podpisano izjavo mentorja (-ice) in odgovorne osebe šole vključiti v izvod za knjižnico, dovoljenje za objavo avtorja (-ice) fotografskega gradiva, katerega ni avtor (-ica) raziskovalne naloge, pa hrani šola v svojem arhivu.