

## Úloha 1 – Příprava glycinu

### Úvod:

Účelom experimentu bola príprava čistého glycinu z jeho hydrochloridu. Na to sa použil kationový iónomenič v  $H^+$ -cykle, v ktorom sa zachytili glycinové kationy, ktoré boli následne vymyté pomocou vodného roztoku amoniaku. Iónomenič bol predtým spracovaný kyselinou chlorovodíkovou, kvôli odstráneniu  $NH_4^+$  iónov z predchádzajúceho experimentu.

Získaný roztok glycinu s amoniakom som odparil do sucha vo vákuovej odparke, čím som získal tuhý glycín. Ďalej kvôli prevedeniu do čistej kryštalickej formy som glycín rozpustil v malom množstve vody a vyzrážal prídavkom acetónu, ktorý umožil aj lepšie vysušenie na frite.

Čistotu produktu som stanovil chromatografiou na tenkej vrstve. Na vyvolanie chromatogramu bolo potrebné použiť ninhydrín.

### Aparatúra:

stĺpec silného kationového iónomeniča – 25 ml, obr. 3  
rotačná vákuová odparka – obr. 1  
frita s odsávacou bankou – obr. 4 vpravo  
TLC chromatografia – obr. 6

### Postup práce:

Stĺpec silného kationového iónomeniča som premyl 25 ml 10% HCl a potom vodou (100 ml) do neutrálnej reakcie (kontrola vytekajúcej kvapaliny univerzálnym indikátorovým papierikom). Rozpustil som 1,00 g glycinu v malom množstve vody a vylial na povrch iónomeniča. Kolónu som premýval vodou (100 ml) do neutrálnej reakcie. Následne som glycín eluoval 100 ml 5%  $NH_3$  do banky s okrúhlym dnom.

Eluát som odparil do sucha na vákuovej odparke pri  $90^\circ C$  a potom ešte raz po pridaní malého množstva vody (kvôli odstráneniu amoniaku).

Odparok som rozpustil v malom množstve vody a pridal 80 ml acetónu. Vyzrážaný glycín som odsal na frite. Čistotu produktu som skontroloval pomocou TLC na silikagéli s mobilnou fázou etanol:konc.  $NH_3$ :voda = 5:2:5.

### Výsledky:

Teoretický výťažok glycinu:

$$m_{\text{glyc.}} = m_{\text{glyc.HCl}} \cdot \frac{M_{\text{glyc.}}}{M_{\text{glyc.HCl}}} = 1,00 \cdot \frac{75,067}{111,528} = 0,67 \text{ g}$$

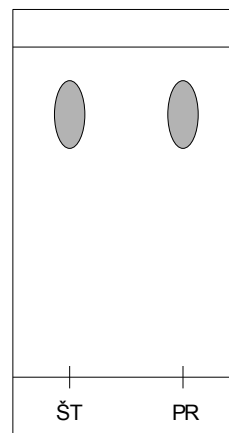
Praktický výťažok bol 0,48 g. V percentách:

$$\frac{m_{\text{prak.}}}{m_{\text{teor.}}} = \frac{0,48}{0,67} = 0,72 = 72 \%$$

Retenčný faktor (rovnaký pre štandard aj produkt):

$$R_F = \frac{3,5 \text{ cm}}{4,4 \text{ cm}} = 0,80$$

Nákres TLC:



**Záver:** Experiment prebehol podľa očakávania. Chromatografia preukázala vysokú čistotu produktu. Nižší výťažok bol zrejme spôsobený neúplným zachytením glycinových kationov na katexe, pretože výmena iónov nie je kvantitatívna ako napríklad neutralizácia, je to skôr frakčný proces.