

CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW
PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ

Ćwiczenie 4

**Analiza substancji biologicznie aktywnej w preparacie
farmaceutycznym– kwas acetylosalicylowy**

Ćwiczenie obejmuje:

1. Oznaczenie jakościowe kwasu acetylosalicylowego
2. Przygotowanie i oznaczenie miana roztworu kwasu siarkowego (VI)
3. Przygotowanie roztworu zasady sodowej
4. Analizę ilościową kwasu acetylosalicylowego – oznaczenie alkacymetryczne

WYKONANIE ĆWICZENIA

1. Analiza jakościowa kwasu acetylosalicylowego.

Związki zawierające grupę fenolową lub enolową dają barwne kompleksy z chlorkiem żelaza (III)- tworzą się związki kompleksowe.

W celu potwierdzenia tożsamości kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym, do masy sproszkowanych tabletek, zawierającej odpowiednią ilość związku aktywnego dodaje się odpowiednią ilość wody, a następnie utrzymuje się 1 min. we wrzeniu. Próbkę następnie się chłodzi i dodaje roztworu FeCl_3 . Powstaje ciemnoniebieskie zabarwienie.

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

waga analityczna,

kolba stożkowa 300 ml,

palnik, trójnóg, siatka ceramiczna.

Odczynniki:

chlerek żelaza (III) – roztwór 2%,

kwas acetylosalicylowy – próbka sproszkowanego preparatu farmaceutycznego.

Opis oznaczenia jakościowego kwasu acetylosalicylowego

1. Odważyć próbkę proszku o masie ok. 0.15 g.
2. Zagotować ok. 10 ml wody w erlenmajerce i wsypać odważoną ilość substancji.
3. Utrzymywać 1 min. we wrzeniu.
4. Próbkę ochłodzić.
5. Do roztworu próbki dodać 1-3 krople chlorku żelaza(III), powstaje ciemnofioletowe zabarwienie.
6. Wykonać 1 próbę jakościową.

2. Przygotowanie i mianowanie roztworu H₂SO₄

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

cyylinder miarowy 10 ml,

waga analityczna,

kolby stożkowe 300 ml

1 butla szklana (pojemność 1 l).

Odczynniki i roztwory:

Na₂CO₃ cz. d. a. (wysuszony),

roztwór kwasu siarkowego(VI), (~0.1 mol/l),

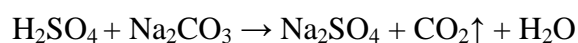
czerwień metylowa -0.02% roztwór alkoholowo-wodny(3:2).

Opis przygotowania roztworu H₂SO₄ (0.1 mol/l)

1. Do butelki wlać 1 dm³ wody destylowanej.
2. Odmierzyć cylindrem miarowym 5,5 cm³ 97 % H₂SO₄.
3. Do wody wlać odmierzoną objętość kwasu siarkowego.
4. Zawartość butelki dokładnie wymieszać, dalsze oznaczenia można wykonywać dopiero **po wystudzeniu** roztworu.
5. Roztwór 0.1 mol/L H₂SO₄ (1litr) przygotować w zespołach dwuosobowych.

Opis mianowania roztworu H₂SO₄ (0.1 mol/l)

Jedną z substancji podstawowych do nastawiania miana kwasu siarkowego jest bezwodny węgiel sodu, który reaguje z kwasem według równania:



Bezwodny węgiel sodowy otrzymuje się przez rozkład wodorowęglanu sodu w temperaturze 543-573K:



1. Odważyć na wadze analitycznej przez odsypanie bezpośrednio do kolby stożkowej o pojemności 300 ml 0,25 - 0,32 g Na₂CO₃
2. Odważkę rozpuścić w kolbie stożkowej w 50 ml wody dejonizowanej
3. Do roztworu dodać 5-7 kropli czerwieni metylowej i miareczkować kwasem

siarkowym do zmiany barwy z żółtej na zdecydowanie różową

4. Koniec miareczkowania obserwujemy, gdy dodanie jednej kropli kwasu nie powoduje już zmiany barwy
5. Oznaczenie wykonać w 3 powtórzeniach.
6. Stężenie molowe roztworu H_2SO_4 obliczyć jako średnią arytmetyczną z 3 zgodnych wyników miareczkowania korzystając z podanego wzoru:

$$c_{H_2SO_4} = \frac{(m \cdot 1000)}{106 \cdot V} [mol/l]$$

gdzie: m - odważka Na_2CO_3 [g]

V - objętość H_2SO_4 zużyta do osiągnięcia PK [ml]

106- masa molowa węglanu sodu [g/mol]

7. Wyniki oznaczeń zebrać w tabeli, której wzór przedstawiono poniżej:

Nr oznaczenia	Odważka Na_2CO_3 (g)	Objętość roztworu H_2SO_4 (ml)	Stężenie roztworu H_2SO_4 (mol/L)	Średnie stężenie roztworu* H_2SO_4
1				
2				
3				

* Średnie stężenie roztworu - po odrzuceniu wyników wątpliwych

8. W przypadku odrzucenia wyniku wątpliwego, należy wykonać kolejne oznaczenie.

3. Przygotowanie roztworu zasady sodowej

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

1 butla szklana (pojemność 1 l),

pipeta miarowa.

Odczynniki i roztwory:

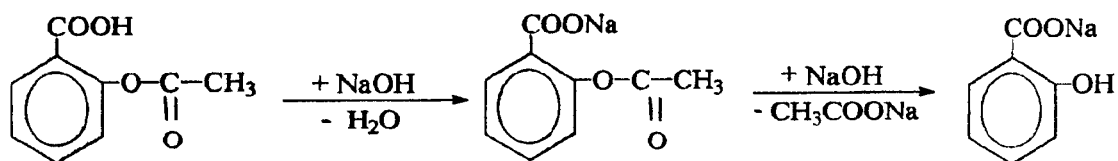
roztwór wodorotlenku sodu bezwęglanowy (ok. 18 mol/l).

Opis przygotowania roztworu NaOH (0.2mol/L)

1. Do butelki wlać 1 dm³ wody dejonizowanej.
2. Odmierzyć 9,5 cm³ klarownego, stężonego (ok. 18 mol/L) beżwęglanowego roztworu NaOH i wlać do odmierzonej wody.
3. Butlę zakorkować korkiem gumowym i roztwór starannie wymieszać.
4. Roztwór 0.2M NaOH (1 litr) przygotować w zespołach dwuosobowych.

4. Analiza ilościowa kwasu acetylosalicylowego

Preparat oznacza się metodą alkacymetryczną polegającą na hydrolizie estru na gorąco, za pomocą mianowanego roztworu wodorotlenku sodu, do salicylanu i octanu sodowego. Nadmiar wodorotlenku sodowego odmiareczkuje się mianowanym roztworem kwasu siarkowego wobec fenoloftaleiny. Równocześnie należy wykonać próbę kontrolną z tymi samymi odczynnikami bez substancji oznaczanej. Na podstawie różnicy ilości zużytego kwasu w obu próbkach oblicza się zawartość kwasu acetylosalicylowego w preparacie.



Podana metoda pozwala na oznaczenie całkowitej ilości kwasu salicylowego i octowego zawartych w aspirynie (1 mol aspiryny reaguje z 2 molami NaOH, które z kolei reagują z 1 molem H₂SO₄).

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,
biureta 50 ml (2x), statyw (2x),
lejek, naczynko wagowe, szkiełko zegarkowe,
tryskawka,
waga analityczna,
łaznia wodna.

Odczynniki i roztwory:

roztwór wodorotlenku sodu (~0.2mol/l),
zmianowany roztwór kwasu siarkowego(VI) (~0.1mol/l),
fenoloftaleina 0.5% roztwór etanolowy,

Opis wykonania oznaczenia kwasu acetylosalicylowego

W celu oznaczenia ilości kwasu acetylosalicylowego w otrzymanej próbce należy najpierw wykonać próbę kontrolną, która będzie stanowiła próbę odniesienia, a następnie wykonać właściwą analizę.

Opis wykonania próby kontrolnej

1. Z biurety do kolby stożkowej wlać 50 ml 0,2 M roztworu NaOH.
2. Dodać kilka kropel fenoloftaleiny.
3. Mianować mieszaninę 0,1 M kwasem siarkowym aż do zaniku różowej barwy
4. Oznaczenie wykonać w 3 powtórzeniach. Obliczyć średnią arytmetyczną.

Opis wykonania próby właściwej

1. Odważyć próbki proszku o zawartości substancji analizowanej 0,8 - 1,1 g (z dokładnością do 0,1 mg).
2. Próbki rozpuścić w 50 ml 0,2 M roztworu wodorotlenku sodu odmierzonego z biurety.
3. Mieszaninę przykrytą szkiełkiem zegarkowym ogrzewać na łaźni wodnej przez 15 minut.
4. Po tym czasie erlenmajerkę ochłodzić pod kranem (pod przykryciem), skroplony na szkiełku roztwór zebrać do erlenmajerkę opłukując je wodą dejonizowaną z tryskawki
5. Zimny roztwór miareczkować w obecności fenoloftaleiny mianowanym roztworem H₂SO₄ do odbarwienia roztworu.
6. Analizę wykonać w 3 powtórzeniach
7. Obliczyć różnicę ilości mililitrów H₂SO₄ zużytych w próbie kontrolnej (V_k) i próbie właściwej (V_o) korzystając ze wzoru:

$$\Delta V_{\text{H}_2\text{SO}_4} = V_k - V_o \quad [\text{ml}]$$

8. Następnie obliczyć zawartość kwasu acetylosalicylowego w próbce z zależności:

$$m_{kwasu} = \Delta V_{H_2SO_4} \cdot c_{H_2SO_4} \cdot 0,18016 \quad [g]$$

9. Zawartość kwasu acetylosalicylowego przeliczyć na 1 g próbki.

10. Podać średnią zawartość kwasu acetylosalicylowego na 1 g próbki (jeśli różnica między wynikami nie przekracza 1 % błędu względnego).

11. Wyniki oznaczenia zebrać w tabeli, której wzór przedstawiono poniżej:

Nr ozna- czenia	Odważka sposzko- wane go leku [g]	Objętość H ₂ SO ₄ (ml)			Oznaczona zawartość kwasu acetylosalicylowego w próbce [g]	Zawartość kwasu acetylosalicylowego w 1 g próbki [g]	Średnia zawartość kwasu acetylosalicylowego w 1 g próbki [g]*
		V _{kśr} [ml]	V _o [ml]	ΔV [ml]			
1							
2							
3							

* Średnia zawartość kwasu po odrzuceniu wyników wątpliwych