

Pracownia klasycznej analizy ilościowej

Analiza substancji biologicznie aktywnych w preparacie farmaceutycznym – oznaczanie kwasu acetylosalicylowego

Ćwiczenie obejmuje:

- Przygotowanie i oznaczenie miana roztworu kwasu siarkowego (VI)
- Przygotowanie roztworu zasady sodowej
- Analizę ilościową kwasu acetylosalicylowego

Przygotowanie i mianowanie roztworu H₂SO₄

Stosowany sprzęt laboratoryjny: cylinder miarowy 10 ml, waga analityczna, kolby stożkowe 300 ml
1 butla szklana (pojemność 1 l).

Odczynniki i roztwory: Na₂CO₃ cz.d.a. (wysuszony), 97% H₂SO₄, 18 mol/l NaOH, czerwień metylowa
-0.02% roztwór alkoholowo-wodny(3:2), fenoloftaleina 0.5% roztwór etanolowy.

Przygotowania i mianowanie roztworu H₂SO₄ (~0.1mol/l)

Aby przygotować ~0.1 mol/l roztwór H₂SO₄ należy odmierzyć do butelki na roztwór 1 dm³ wody destylowanej a następnie dodać odmierzony cylindrem miarowym 97 % H₂SO₄ - 5,5 cm³. Roztwór w butli dokładnie wymieszać, dalsze czynności wykonywać dopiero **po ostudzeniu** roztworu.

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



W celu wyznaczenia miana roztworu należy sporządzić odważkę Na₂CO₃ o masie 0.25–0.32 g (ważąc z dokładnością 0.0001 g). (Przeznaczony do sporządzenia odważek węglan sodu został uprzednio wysuszony w temperaturze 543–573K). Odważkę należy rozpuścić w około 50 ml wody dejonizowanej. Do roztworu dodać 5-7 kropli czerwieni metylowej i miareczkować H₂SO₄ do zmiany barwy z żółtej na zdecydowanie różową.

Stężenie kwasu obliczyć z zależności:
$$C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{m}{V \cdot 0,106} \text{ [mol/l]}$$

gdzie: *m* – masa odważki Na₂CO₃ [g],

V - objętość H₂SO₄ zużyta do osiągnięcia PK [ml].

Średnią arytmetyczną należy obliczyć z minimum 3 zgodnych wyników miareczkowania. W przypadku odrzucenia wyników wątpliwych, należy wykonać kolejne oznaczenia.

Wyniki zamieścić w tabeli:

nr próbki	masa odważki Na ₂ CO ₃ [g]	objętość roztworu H ₂ SO ₄ [ml]	Stężenie roztworu H ₂ SO ₄ [mol/l]	Średnie stężenie roztworu ¹ H ₂ SO ₄ [mol/l]
1				
2				
3				

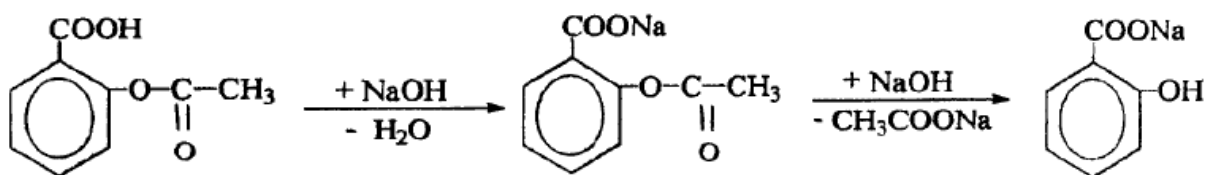
¹ Stężenie średnie – po odrzuceniu wyników wątpliwych

Przygotowanie roztworu NaOH (0,2 mol/l)

Do butelki wlać 1 dm³ wody dejonizowanej, odmierzyć 9,5 cm³ klarownego, beżowego roztworu NaOH i wlać do odmierzonej wody. Butlę zakorkować gumowym korkiem zabezpieczonym folią. Otrzymany roztwór starannie wymieszać.

Oznaczanie zawartości kwasu acetylosalicylowego

Zawartość kwasu acetylosalicylowego oznacza się metodą alkacymetryczną. Oznaczenie polega na hydrolizie estru tego kwasu na gorąco, za pomocą ~0,2 mol/l roztworu wodorotlenku sodu, do salicylanu i octanu sodowego.



Nadmiar NaOH odmiareczkowie się mianowanym roztworem H₂SO₄ wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika. 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 analizowanej próbce.

Wykonanie oznaczenia

Przygotować z próbki proszku otrzymanego do analizy 6 odważek o masie 0,8 - 1,0 g (z dokładnością do 0,1 mg). Odważkę rozpuścić w 50 ml ~0,2 M roztworu wodorotlenku sodu **odmierzonego z biurety**. Mieszaninę przykrytą szkiełkiem zegarkowym ogrzewać na łaźni wodnej przez 15 minut. Po tym czasie erlenmajerkę ochłodzić pod kranem (pod przykryciem), skroplony na szkiełku roztwór zebrać do erlenmajerkę opłukując wodą dejonizowaną z tryskawki. Ostudzony roztwór miareczkować w obecności fenoloftaleiny (2-3 krople) mianowanym roztworem H₂SO₄ do odbarwienia. Wykonać próby kontrolne (minimum 3 powtórzenia) z tymi samymi odczynnikami – bez analizowanej substancji.

Obliczyć masę kwasu acetylosalicylowego w próbce na podstawie zależności:

$$m = (V_k - V) \cdot C \cdot 0,1802 \text{ [g]}$$

Gdzie: V_k – średnia objętość H₂SO₄ zużyta na próbkę kontrolną [ml] (po odrzuceniu wyników wątpliwych)

V – objętość H₂SO₄ zużyta na próbkę właściwą [ml]

C – stężenie H₂SO₄ [mol/l]

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

Wyniki zamieścić w tabeli:

Nr oznaczenia	Odważka sproszkowanego 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 _k [ml]	V [ml]			
1						
2						
3						
4						
5						
6						

* po odrzuceniu wyników wątpliwych