

Príloha

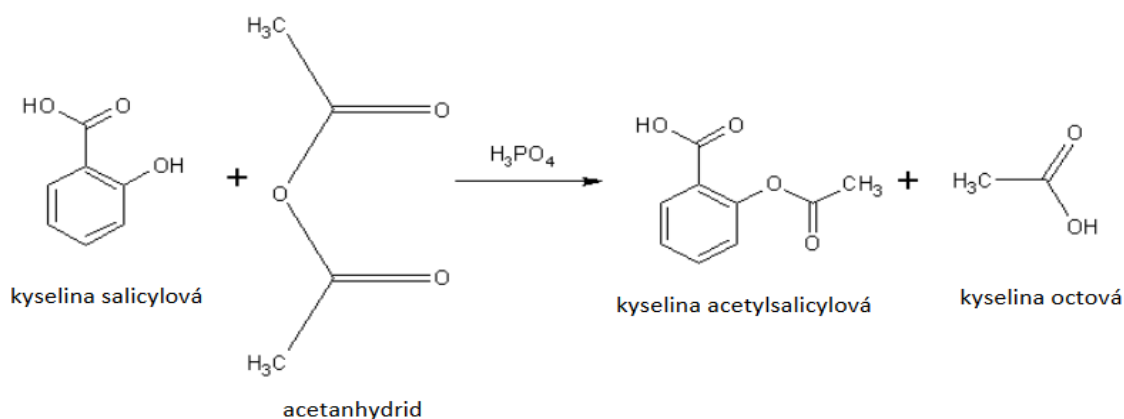
Práca 12 ELEKTRÓNOVÉ SPEKTRÁ – STANOVENIE KYSELINY SALICYLOVEJ V ACYLPYRÍNE

Teoretická časť sa nachádza v skriptách na stranách 134-139!

ACYLPYRÍN

Acylpyrín (aspirín) je ester kyseliny salicylovej – kyselina acetylsalicylová (obr. 5), často používaný v medicíne. Je efektívnym analgetikom (tlmí bolesti hlavy, nervov, zubov a kĺbov), antipyretikom (znižuje horúčky a opuchy), aj pri mŕtvici a infarkte.

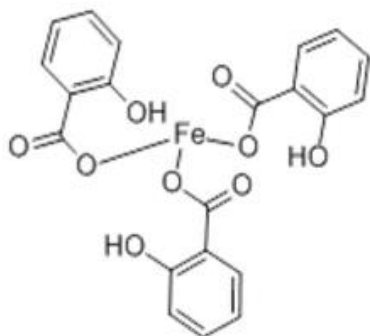
Acylpyrín sa pripravuje esterifikáciou kyseliny salicylovej (obr. 5) anhydridom kyseliny octovej (acetanhydrid), podľa schémy na obr. 5.



Obrázok 5 Príprava acylpyrínu

Kyseliny acetylsalicylová v kyslom i zásaditom prostredí hydrolyzuje za vzniku jej aktívnej formy – kyseliny salicylovej (KS), KS je nečistotou v acylpyríne. Keďže obsah kyseliny acetylsalicylovej v tablete poznáme z informačného letáčka v krabičke, na laboratórnom cvičení budeme stanovovať obsah (hmotnosť) kyseliny salicylovej v tablete acylpyrínu spektrofotometrických meraní.

Kyselina salicylová (KS) vytvára v roztoku v prítomnosti železitých solí komplexy, napríklad podľa schémy na obrázku 6, ktorých zloženie závisí od pH prostredia: V kyslom prostredí sa vytvára fialový, v neutrálnom tmavočervený a v zásaditom žltý komplex.



Obrázok 6 Komplex kyseliny salicylovej s dusičnanom železitým - $[\text{Fe}^{3+} (\text{KS})_3]^{3+}$

ÚLOHA

STANOVENIE MNOŽSTVA KYSELINY SALICYLOVEJ V ACYLPYRÍNE SPEKTROFOTOMETRICKY

Cieľ práce

Namerať spektrum komplexu kyseliny salicylovej (KS) a dusičnanu železitého (fialový roztok), vyhodnotiť maximum absorpcie - λ_{max} . Namerať kalibračnú závislosť absorbancie od koncentrácie KS v roztoku a vyhodnotiť obsah KS v bežne používanej tablete acylpyrínu.

Pomôcky

Spektrofotometer, elektromagnetická miešačka s miešadielkom, 10 ml odmerné banky, pipety, kadičky, lievnik, filter

Chemikálie

- kyselina salicylová (kyselina 2-hydroxybenzoová - $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$) $M = 138,12 \text{ g mol}^{-1}$
označenie KS, koncentrácia zásobného roztoku $c = 6 \cdot 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$
- nonahydrát dusičnanu železitého ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$) $M = 404 \text{ g mol}^{-1}$, koncentrácia
zásobného roztoku $c = 2,475 \cdot 10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$
- destilovaná voda

Postup

A Príprava acylpyrínu na meranie

1 Vezmite jednu tabletu acylpyrínu, rozdeľte ju na polovicu. Na 3-miestne analytické váhy položte malú kadičku. Po ustálení hmotnosti váhy vytarajte, do kadičky vložte polovicu acylpyrínu a odvážte ho. Hmotnosť ($m_{\text{Acylpyrín}}$) zapíšte do tabuľky 3.

2 Do kadičky pridajte 8 ml destilovanej vody, malé miešadielko a kadičku postavte na elektromagnetickú miešačku. Miešajte aspoň 10 minút.

B Príprava roztokov kyseliny salicylovej a dusičnanu železitého

3 Do 10 ml odmerných baniek napipetujte podľa tabuľky 3 objemy kyseliny salicylovej a dusičnanu železitého z pripravených zásobných roztokov. Roztoky v odmerných bankách doplňte destilovanou vodou po značku.

4 Podľa zried'ovacej rovnice vypočítajte koncentrácie kyseliny salicylovej v odmerných bankách a hodnoty zapíšte do tabuľky 3.

$$c_i V_i = c_0 V_0 \quad (10)$$

kde c_i je koncentrácia KS v pripravených roztokoch, ktorú treba vypočítať

V_i je celkový objem pripravených roztokov (10 ml)

c_0 je koncentrácia zásobného roztoku kyseliny salicylovej ($c_0 = 6 \cdot 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$)

V_0 je objem zásobného roztoku kyseliny salicylovej odpipetovaného na prípravu príslušného roztoku podľa tabuľky 3 v ml

Tabuľka 3 Príprava roztokov na spektrofotometrické meranie

$m_{\text{Acylpyrín}} = \dots\dots\dots\text{g}$

Meranie	V_0 [ml]	V_{Fe} [ml]	c_i [mol dm ⁻³]	A pri $\lambda_{\text{max}} =$ nm
0	-	1		
1	1	1		
2	2	1		
3	3	1		
4	4	1		
5	5	1		
6	6	1		
7	7	1		
roztok acylpyrínu	-	-	$c_{\text{KS}} =$ mol dm ⁻³ $m_{\text{KS}} =$ g	A =

C Určenie maxima absorpcie - λ_{max}

5 Podľa postupu, ktorý je uvedený pri prístroji a v rozmedzí vlnových dĺžok 380- 600 nm s krokom 5 nm namerajte spektrum pre roztok s najvyššou koncentráciou KS, pričom ako porovnávací roztok použite roztok s označením 0, v ktorom nie je KS.

Namerané hodnoty absorbancií (A) pri nastavených vlnových dĺžkach (λ) zapisujte do tabuľky 4.

Tabuľka 4 Namerané hodnoty absorbancií pri zvolených vlnových dĺžkach

hrúbka kvvety $d = \dots\dots\dots\text{cm}$

λ [nm]	A
380	
385	

6 Z nameraných údajov nakreslite závislosť $A = f(\lambda)$, nájdite absorpčné maximum (λ_{\max}) a zapíšte ho i s hodnotou absorbancie do tabuľky 3.

D Meranie hodnôt pre zostrojenie kalibračnej krivky

7 Odmerajte absorbancie (A) ostatných pripravených roztokov (roztoky 1-6) pri nájdenom absorpčnom maxime s porovnávacím roztokom 0 a zapíšte ich do tabuľky 3.

8 Z nameraných hodnôt absorbancií pri rôznych koncentráciách KS v roztoku zostrojte kalibračnú krivku $A = f(c_i)$ a vypočítajte parametre uvedenej závislosti (smernicu a úsek) i so štandardnými odchýlkami.

E Meranie KS v acylpyríne

9 Roztok v kadičke s rozpúšťaným acylpyrínom (nikdy sa nerozpustí celý obsah) prefiltrujte opatrne do 10 ml odmernej banky. Dbajte na to, aby sa roztok nevyliat.

10 Do filtrátu pridajte 1 ml roztoku dusičnanu železitého a vzniknutý roztok doplňte na objem 10 ml destilovanou vodou.

11 Rovnako ako pre roztoky 1-6 odmerajte absorbanciu pripraveného roztoku acylpyrínu.

12 Pomocou rovnice pre kalibračnú krivku vypočítajte koncentráciu kyseliny salicylovej v acylpyríne a hodnotu zapíšte do tabuľky 3.

13 Zo vzťahu pre molárnu koncentráciu vypočítajte hmotnosť kyseliny salicylovej v roztoku a hodnotu zapíšte do tabuľky 3.

14 Podľa známej hodnoty hmotnosti použitého acylpyrínu (1/2 tablety, ktorá predstavuje 100%) vypočítajte percentuálny obsah KS v polovici tablety

15 Po skončení meraní všetko sklo poriadne umyte a odložte.

Spracovali: Ing. Jarmila Oremusová, CSc., RNDr. Alexander Búcsi, PhD.

