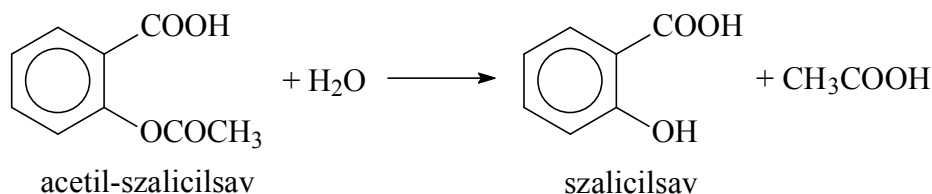


## Aszpirin hidrolízisének vizsgálata

Az aszpirin a szalicilsav acetilezett származéka, azaz acetil-szalicilsav. Vizes oldatban hidrolizál, ami szobahőmérsékleten alig mérhető, de a hőmérséklet emelésével a hidrolízis sebessége nő.

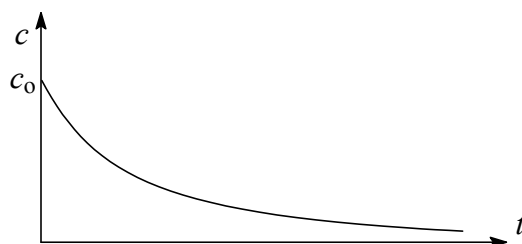


A hidrolízis híg oldatban kinetikailag elsőrendű reakció, ami azt jelenti, hogy a koncentráció az idő függvényében a következő képlet szerint változik:

$$c = c_0 e^{-kt}, \quad \text{ahol}$$

- $t$ : az eltelt idő (itt a hidrolízis ideje)
- $c$ : a  $t$  időpontban mérhető koncentráció
- $c_0$ : a kezdeti koncentráció
- $k$ : reakciósebességi állandó
- $e$ : a természetes alapú logaritmus alapszáma (konstans, értéke 2,718.....)

A hidrolízis közben az aszpirin koncentrációja az idő függvényében exponenciálisan csökken:



A gyakorlat célja a szobahőmérsékletnél, (és a testhőmérsékletnél is) magasabb hőmérsékleten felvenni ezt a függvényt, és kiszámítani a reakciósebességi állandót.

A feladatot egy megadott, 45-80 °C közötti hőmérsékleten kell elvégezni.

A reakció előrehaladását a keletkezett szalicilsav fotometriás mérésével tudjuk követni. A szalicilsav uv. tartományban 296 nm-nél mutat jól mérhető elnyelést, de ez ebben az esetben nem alkalmazható, mert a még nem hidrolizált acetil-szalicilsav jelenléte zavaró. Ezért a hidrolizáltum szalicilsav-tartalmát a hozzáadott FeCl<sub>3</sub>-dal reagáltatjuk. A FeCl<sub>3</sub> a szalicilsavval ibolyaszínű komplexet hoz létre, ami a látható tartományban, 540 nm hullámhosszon mérhető.

### A feladat kivitelezése

#### Aszpirin hidrolízise

Egy szabályozható hőmérsékletű vízfürdőt feltöltünk vízzel. (Célszerű eleve meleg vizet használni a felfűtési idő csökkentése érdekében.) Beállítjuk a kívánt hőmérsékletet, és megvárjuk, amíg állandósul a hőmérséklet.

Egy darab aszpirin tablettát törjünk 3-4 darabra, és mérjük meg a tömegét analitikai mérlegen. Szórjuk a darabokat és az esetleg mellette lévő porszerű szemcséket egy 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba.

Kevés ioncserélt vizet öntünk hozzá, amittől a tablettá hamar szétesik. Rázzuk össze, és töltjük jelig. A lombikot beállítjuk a meleg vízfürdőbe és 30 (40 ill. 50) percig végezzük a hidrolízist.

Ha a hidrolízis ideje lejárt, a lombikot kivesszük a vízfürdőből és azonnal hideg (lehetőleg jeges) vízbe állítva szobahőmérsékletre hűtjük. A lombik lehűlt tartalmát redős szűrőn átszűrjük és átmoszuk egy 200 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba. A szűrőn lévő anyagot is ioncserélt vízzel kell átmosni! A mérőlombikot ekkor még nem szabad jelre állítani!

### ***Szalicilsav törzsoldat készítése***

Analitikai mérlegen lemérünk  $100 \pm 1$  mg szalicilsavat. Kvantitatív módon (veszteség nélkül) átmoszuk egy  $1000 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikba. Töltsük fel kb.  $2/3$ -ad részig ioncserélt vízzel. A szalicilsav lassan oldódik, ezért a lombikot állítsuk néhány percre ultrahangos mosóba. a teljes oldódás után állítsuk jelre és homogenizáljuk a lombikot.

Az így elkészített törzsoldat koncentrációja  $0,1 \text{ mg szalicilsav/cm}^3$ .

### ***Szalicilsav oldatsorozat készítése***

A törzsoldatból 5 db  $100 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikba bürettával kimérünk 4, 8, 12, 16,  $20 \text{ cm}^3$  szalicilsav törzsoldatot. Mindegyik lombikot kb. félig töltjük ioncserélt vízzel.

Kiszámítjuk az oldatsorozat minden tagjának koncentrációját  $\text{mg/dm}^3$  egységben!

### ***Színreakció***

Reagens oldat:  $0,1 \text{ mol/dm}^3$  koncentrációjú, sósavas  $\text{FeCl}_3$ -oldat (készen van).

A  $200 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikban lévő hidrolizált aszpirinhez  $4 \text{ cm}^3$ , és az oldatsorozat minden tagjához  $2 \text{ cm}^3$   $\text{FeCl}_3$ -reagenst adunk. A mérőlombikokat jelre állítjuk és homogenizáljuk.

### ***Fotometráls***

Az így elkészített oldatokat ioncserélt vízzel szemben  $540 \text{ nm}$  hullámhosszon fotometráljuk.

Az 5 tagú oldatsorozattal felvesszük a kalibrációs egyenest. A  $200 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikban lévő oldat lesz az ismeretlen.

A fotometráls során használjuk az UV Mini 1240-es fotométer 3-as menüpontját!

### ***Eredmény számítása***

- A koncentráció alapján kiszámítandó a  $200 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikban lévő szalicilsav tömege
- Ebből kiszámítandó az elhidrolizált aszpirin tömege (ld. reakcióegyenlet)
- A bemérés alapján az el nem hidrolizált aszpirin tömege  
A vizsgált tabletta  $500 \text{ mg}$  acetyl-szalicilsavat tartalmaz. ( $c$ )
- Az aszpirin kezdeti koncentrációja (bemérés/ $100 \text{ cm}^3$ ) ( $c_0$ )

### ***A csoport munkája***

Legelőször a termosztátot indítsuk el, hogy amíg a hőmérséklet beáll, egyéb előkészületeket végezhetünk.

A szalicilsav törzsoldatot és az oldatsorozatot azon idő alatt célszerű elkészíteni, miközben a hidrolízis történik.

A szalicilsav törzsoldatot közösen lehet használni, de az oldatsorozatot mindenki magának készítse el.

### **Eredmény kiszámítása:**

Kiszámítandó a reakciósebességi állandó a  $c = c_0 e^{-kt}$  képlet alapján:  $k = \frac{1}{t} \ln \frac{c_0}{c}$