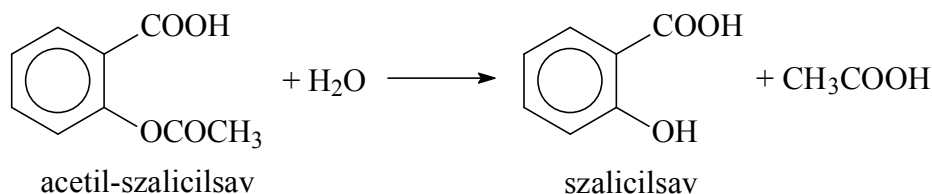


Aszpirin hidrolízisének vizsgálata

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

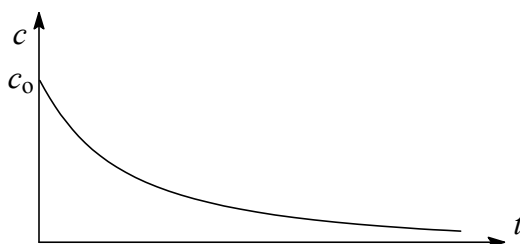


A hidrolízis híg oldatban kinetikailag elsőrendű reakció, ami azt jelenti, hogy a koncentráció az idő függvényében a következő képlet szerint változik:

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

- 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 FeCl₃-dal reagáltatjuk. A FeCl₃ 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 (pl. egy óraüveg fölött). Szórjuk a darabokat és az esetleg mellette lévő porszerű szemcséket egy 100 cm³-es mérőlombikba. A vizsgált tablettá 500 mg acetil-szalicilsavat tartalmaz.

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 cm³-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 ± 1 mg szalicilsavat. Kvantitatív módon (veszteség nélkül) átmoszuk egy 1000 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 cm^3 -es mérőlombikba bürettával kimérünk 4, 8, 12, 16, 20 cm^3 szalicilsav törzsoldatot. Mindegyik lombikot kb. félig töltjük ioncserélt vízzel.

Kiszámítjuk az oldatsorozat minden tagjának koncentrációját mg/dm^3 egységben!

Színreakció

Reagens oldat: $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú, sósavas FeCl_3 -oldat (készen van).

A 200 cm^3 -es mérőlombikban lévő hidrolizált aszpirinhez 4 cm^3 , és az oldatsorozat minden tagjához 2 cm^3 FeCl_3 -reagenst adunk. A mérőlombikokat jelre állítjuk és homogenizáljuk.

Fotometráció

Az így elkészített oldatokat ioncserélt vízzel szemben 540 nm hullámhosszon fotometráljuk.

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

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

Eredmény számítása

- A koncentráció alapján kiszámítandó a 200 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 mg acetyl-szalicilsavat tartalmaz. (c)
- Az acetyl-szalicilsav kezdeti koncentrációja. A vizsgált tabletta 500 mg acetyl-szalicilsavat tartalmaz (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. A reagenst az oldatsorozathoz és mindegyik, befejezett hidrolizált mintához egyszerre adjuk hozzá!

Eredmény kiszámítása:

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