

## Analiza aspiryny (prawo Beera-Lamberta)



Źródło obrazu: <https://www.pexels.com/de-de/foto/textur-sucht-farbe-gesundheit-5723612/>

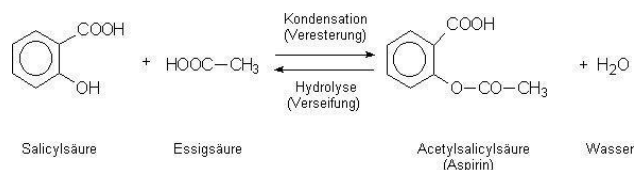
Przedział wiekowy	Przedmiot	Podtematy	Poziom wymagań	Poziom wdrożenia	Przygotowanie
14 lat	Chemia	Substancje lecznicze	•••	•	15 min.

### Definicja zadania

Określić ilość kwasu acetylosalicylowego w tabletkę aspiryny. Porównać ilość oznaczoną doświadczalnie z wzorcami.

## 1. Kontekst

Klasa związków zwanych salicylanami naturalnie i sztucznie ze związku kwasu salicylowego. Kwas salicylowy znajduje się w produktach takich jak pasta do zębów, środek do usuwania brodawek, krem na trądzik i szampon przeciwłupieżowy. Jak na rysunku nr 1, w wyniku reakcji kwasu salicylowego z bezwodnikiem octowym powstaje aktywny składnik aspiryny - kwas acetylosalicylowy (ASA). Jak w przypadku każdego leku, toksyczność



kwasu salicylowego i ASA wzrasta wraz ze wzrostem dawki.

Pod koniec XIX wieku salicylany były rutynowo stosowane jako konserwanty żywności ze względu na ich właściwości antyseptyczne. Salicylany mogły wydłużyć okres przydatności do spożycia świeżej żywności, takiej jak mięso i jaja, ale nadużywanie tego dodatku prowadziło do chorób, a czasem śmierci konsumentów. Prawo całkowicie zakazało stosowania niektórych substancji jako dodatków do żywności i ograniczyło ilość innych potencjalnie szkodliwych substancji. Producenci żywności i leków zostali również zobowiązani do wymieniania aktywnych składników na opakowaniach produktów, a prawo ustanowiło poziomy czystości dla tych składników. Konsumenty mogą wyraźnie rozpoznać zawartość ASA na butelce aspiryny. Zgodnie z wytycznymi, tabletki aspiryny musi zawierać  $\pm 10\%$  ilości ASA podanej na etykiecie. Na przykład tabletki aspiryny 325 mg musi zawierać od 292,5 mg do 357,5 mg ASA.

Spektrometr ultrafioletowy/VIS (UV/VIS) może być wykorzystywany do analizy roztworów, które absorbują światło z zakresu bliskiej podczerwieni, poprzez widmo widzialne, aż do długości fal ultrafioletowych. Dzięki spektrometrii UV-VIS naukowcy mogą określić czystość i stężenie substancji, które tworzą zarówno bezbarwne, jak i kolorowe roztwory. Spektrometria jest rutynowo stosowana w kontroli jakości i procesów w wielu branżach, takich jak farmacja, żywność i napoje, badania środowiskowe, produkcja chemiczna i biotechnologia. W tym badaniu spektrometria została wykorzystana do określenia ilości ASA w pojedynczej tabletki aspiryny poprzez porównanie absorbancji kilku bezbarwnych roztworów ASA o różnych stężeniach z absorbancją roztworu przygotowanego z pojedynczej próbki tabletki. Jest to zastosowanie prawa Beera.

Prawo Beera mówi, że absorpcja światła i stężenie roztworu są wprost proporcjonalne, jeśli wartości absorpcji nie przekraczają 1,0. Roztwór o wysokim stężeniu ma więcej rozpuszczonych cząstek, które mogą absorbować światło niż roztwór o niższym stężeniu.

Im wyższe stężenie roztworu, tym więcej światła jest absorbowane przez rozpuszczone cząsteczki. Wyższe stężenie roztworu prowadzi do wyższego odczytu absorbancji na spektrometrze. Bezpośrednia zależność między absorbancją a stężeniem może być wykorzystana do obliczenia krzywej kalibracyjnej dla spektrometru. analiza produktu. W tym badaniu równanie liniowe wyprowadzone z krzywej wzorcowej ASA zostało wykorzystane do określenia stężenia roztworu z pokruszonej tabletki aspiryny.

## 2. Materiały i sprzęt

- Darmowe oprogramowanie spektrometru ([pasco.com/download](http://pasco.com/download))
- Spektrometr UV-Vis (nr artykułu: [1214014](#))
- Kuwety kwarcowe z pokrywkami (7)
- Waga analityczna (dokładność odczytu: 0,0001 g)
- Kolba miarowa, 100 ml
- Lejek odpowiedni do kolby miarowej
- Zlewka, 100 ml
- Cylinder miarowy, 10 ml
- Pipeta z podziałką i kolba miarowa, 10 mL
- Pipety jednorazowe (2)
- Moździerz i tłuczek
- Urządzenie filtrujące i bibuła filtracyjna
- Roztwory kwasu acetylosalicylowego (ASA) (5)
- Tabletki aspiryny
- Woda destylowana
- Etanol, 95%

### 3. Bezpieczeństwo

Dla bezpieczeństwa należy zawsze nosić rękawice ochronne.

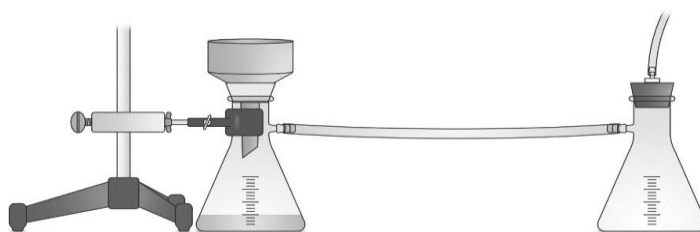
### 4. Przebieg eksperymentu

1. Włącz spektrometr UV-VIS i podłącz go do urządzenia. Otwórz aplikację spektrometrii.
2. Oznaczyć pipety do użytku z etanolem i wodą. Odmierz 0,8 ml etanolu i 9,2 ml wody destylowanej do zlewki 100 ml i wymieszaj - to będzie roztwór kalibracyjny.
3. Napełnij kuwetę roztworem kalibracyjnym. Oznacz pokrywę i odłóż kuwetę kalibracyjną na bok.
4. **UWAGA:** Napełnij kolby do  $\frac{3}{4}$  wysokości i przytrzymaj je za oszronione boki. Nie należy ich przepelniać. Jeśli pojawią się pęcherzyki powietrza, delikatnie postukaj w fiolkę, aby je usunąć.
5. Roztwory kwasu acetylosalicylowego (ASA) A, B, C, D i E przygotowano z etanolowego roztworu podstawowego o stężeniu  $2,22 \times 10^{-3}$  M. Każdy roztwór był rozcieńczono wodą destylowaną i dopełniono do pełnej objętości w kolbie pomiarowej o pojemności 100 ml. Objętości użytych roztworów podstawowych podano w tabeli 1. Użyj równania rozcieńczania ( $M_1V_1 = M_2V_2$ ) do obliczenia molowości roztworów A, B, C, D i E i wpisz odpowiedzi do tabeli 1. Pokaż przykład obliczeń w polu poniżej tabeli.
6. Przelicz molarności roztworów na milimolarnie (mM), mnożąc je przez 1000. Wpisz odpowiedzi w tabeli jako liczby dziesiętne. Przygotuj 5 fiolek z roztworami ASS A, B, C, D i E. Oznacz wieczka. Oznaczyć wieczka.
7. Wyjmij tabletkę aspiryny 325 mg z opakowania i sprawdź zawartość ASA na etykiecie. Zanotuj masę tabletki poniżej tabeli.
8. Rozgnieć tabletkę na drobny proszek za pomocą moździerza i tłuczka.
9. około 0,0400 g sproszkowanej tabletki; zanotować dokładną masę w polu poniżej tabeli 1.
10. Umieść lejek w kolbie miarowej. Wsyp proszek do kolby miarowej, a następnie powoli wlej etanol przez lejek do kolby miarowej.

Gdy zbliżysz się do linii kalibracji na kolbie, wyjmij lejek. Za pomocą pipety napełnij kolbę taką ilością etanolu, aby dno menisku osiągnęło linię kalibracji.

Zamknij kolbę i potrząśnij nią, aż ciało stałe się rozpuści, a następnie kilkakrotnie odwróć kolbę.

11. Przefiltruj roztwór zgodnie z instrukcjami instruktora. Urządzenie do filtrowania próbek na rysunku 2. Wlej roztwór do lejka Buchnera zawierającego ilościowy filtr tarczowy. Rurka prowadząca z drugiej kolby filtrującej jest podłączona do ręcznej pompy próżniowej lub aspiratora wody.




Rysunek 1: Przykład filtracji próżniowej

12. Spłukaj dokładnie kolbę miarową i jej pokrywę wodą destylowaną.
13. Za pomocą pipety z podziałką dodaj 6 ml przefiltrowanego roztworu do kolby miarowej. Powoli wlej wodę destylowaną do kolby miarowej. Zbliżając się do linii kalibracji na kolbie, użyj pipety, aby napełnić kolbę wody destylowanej, aby dno menisku osiągnęło linię kalibracji.
14. Zamknij kolbę i odwróć ją kilka razy kuwetę z końcowym rozcieńczeniem próbki aspiryny. Oznaczyć pokrywę.
15. Skalibruj spektrometr za pomocą roztworu kalibracyjnego.

**UWAGA:** Przetrzyj przezroczyste boki kuwety niestrzępiącą się ściereczką do czyszczenia okularów. Ustaw kuwetę tak, aby światło przechodziło przez przezroczyste boki kuwety. Symbol białego światła na spektrometrze wskazuje, gdzie się źródło światła.

16. Rozpocznij rejestrację danych. Umieść roztwór D w spektrometrze. Przesuń narzędzie

współrzędnych  , aby wybrać długość fali analizy z rozpoznawalnym pikem. Kliknij zaznaczenie, aby i ustawić długość fali analizy. Zanotuj długość fali analizy w polu poniżej tabeli.

17. Zakończ rejestrowanie danych, a następnie przejdź do strony "Stężenie". 

18. Znajdź tabelę w lewym górnym rogu strony "Stężenie". Zmień jednostki w kolumnie Stężenie z mol/L na mmol/L i wstaw do tabeli wartości stężenia mM dla roztworów A, B, C, D i E.



19. Kliknij pierwszą komórkę w kolumnie Absorbancja. Umieść kuwetę z roztworem A w spektrometrze i rozpocznij rejestrowanie danych. Zaznacz pole obok wartości absorbancji, aby ją zarejestrować.

20. Powtórz poprzedni krok, aby zarejestrować wartości absorbancji dla roztworów od B do E.

21. Umieścić kuwetę z roztworem aspiryny w spektrometrze.

22. Znajdź tabelę "Nieznane stężenie" w lewym dolnym rogu strony "Stężenie" i zaznacz pole "Absorbancja". Zaznacz pole wyboru, aby zachować wartość absorbancji.

**UWAGA:** Aby sprawdzić obliczone stężenie, wróć do tabeli "Nieznane stężenie" po wykonaniu pytania 1 i wprowadź wartość w odpowiednim miejscu. Sprawdź dokładność, zwracając uwagę na bliskość obliczonego stężenia do linii najlepszego dopasowania.

23. Zakończ rejestrowanie danych. Skopiuj wartości absorbancji dla wszystkich roztworów do tabeli.
24. Skalowanie danych na wykresie  i zastosuj aproksymację liniową  aproksymację. Wprowadź nachylenie ( $m$ ), punkt przecięcia  $y$  ( $b$ ) i wartość dobroci dopasowania ( $r$ ) w polu poniżej tabeli. Skomentuj, czy na wyniki ma wpływ liniowość danych, ustawiając wartość  $r$  blisko 1 i czy dane wskazują na bezpośrednią zależność, ustawiając linię najlepszego dopasowania blisko początku.
25. Naszkicuj diagram na wykresie. Wprowadź nagłówek i oznacz obie osie, w razie potrzeby używając jednostek. Wskaż linię aproksymacji liniowej.

## 5. Zbieranie danych

Surowe dane z pomiarów

Rozwiązanie	Ilość preparatu (ml)	Stężenie (M)	Stężenie (mM)	Absorpcja
A	2,0			
B	4,0			
C	6,0			
D	8,0			
E	10,0			
Tablet	NIE DOTYCZY	NIE DOTYCZY		

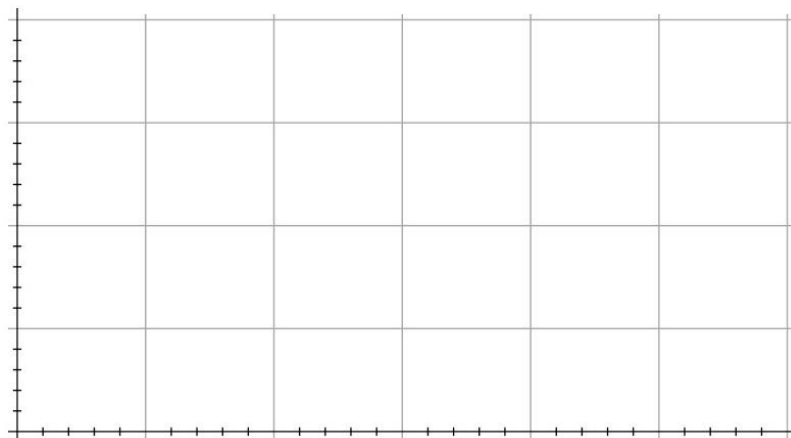
Obliczenie stężeń ( $M_1V_1 = M_2V_2$ ): Masa tabletki aspiryny:

Długość fali dla analizy:

Wartości aproksymacji liniowej:

## 6. Analiza danych

Wprowadź wszystkie zmierzone wartości na wykresie i oznacz osie.





## 7. Pytania do analizy

1. Podstawić wartość absorbancji próbki aspiryny ( $y$ ) i parametry dopasowania liniowego do równania liniowego  $y = mx + b$ , aby określić stężenie ASA w rozcieńczonym roztworze aspiryny ( $x$ ) w mmol/L lub mM. Wpisz wartości do tabeli.
2. Oblicz stężenie ASA w oryginalnym roztworze aspiryny w mM. Uzasadnij obliczenia.
3. Przelicz stężenie ASA w oryginalnym roztworze na gramy ASA w roztworze. Masa cząsteczkowa ASA wynosi 180,16 g/mol. Przedstaw swoje obliczenia.
4. Jaki procent sproszkowanej tabletki aspiryny dodanej do pierwszego roztworu aspiryny stanowił ASA?
5. Ile gramów ASA zawierała tabletkę aspiryny, w oparciu o wcześniej obliczoną zawartość procentową? Jak ta masa ASA ma się do reklamowanej zawartości 325 mg ASA? Czy zawartość ASA odpowiada normie  $\pm 10\%$ ?