

AZ ASZPIRIN EREJE

Aszpirin tabletták hatóanyag tartalmának meghatározása

(Eredeti cím: ASPIRIN STRENGTH: Determining the aspirin content of tablets)



Szerző

Vámos István, Petrik SZKI, Budapest, Magyarország; vamos@petrik.hu

Nyelv

Angol, magyar, szlovén

Összefoglalás

A mérési feladat célja az aszpirin acetil-szalicisav tartalmának meghatározása kétféle analitikai módszerrel és a két módszerrel kapott eredmények összefoglalása.

A térfogatoss analízis még mindig a legáltalánosabb analitikai módszer. Ezt az analitikai módszert és egy spektrofotometriás mérési módszert fogunk összehasonlítani a gyakorlat elvégzése során.

Feladatcsoport típusa A

Természettudományos ismeretek használata problémamegoldásra
Problémamegoldás csapatmunkával

Mérési technikák

Titrlás

UV-VIS spektrofotometria

Alkalmazási terület

Gyógyszergyártás

Idő

Gyakorlati idő: 180 perc

Elméletre szánt idő: 45 perc

Iskolán kívüli idő: 45 perc

StandardBase szabványvizsgálatok

Determination of aspirin using acid/base titration

StandardBase mérési technikák

Volumetric and gravimetric analysis

Ultraviolet and Visible (UV- VIS) Absorption Spectroscopy

Egyéb források

Richter Gedeon Gyógyszergyár; Budapest, Gyömrői u. 19-21; www.richter.hu

<http://en.wikipedia.org/wiki/Aspirin>

www.chemsoc.org/PDF/LearnNet/rsc/Aspirin_full.pdf

<http://services.juniata.edu/ScienceInMotion/chem/labs/ap/aspirin.doc>

Diák feladatleírás

Cím: AZ ASZPIRIN EREJE

Aszpirin tabletták hatóanyag tartalmának meghatározása (ASPIRIN STRENGTH: Determining the aspirin content of tablets)

A patikában kapható Aszpirin tabletta nem 100 % acetil-szalicilsav, számos segédanyagot is tartalmaz. Nedves környezetben a tabletta vízfelvételre is hajlamos, ami egy hidrolizációs folyamatot indít el. Ez ki is mutatható hosszabb ideig nedves levegőn tartott Aszpirinból.

Jelenlegi feladatod az, hogy két analitikai módszert hasonlíts össze: vajon melyik alkalmasabb az Aszpirin tisztaságának (hatóanyagtartalmának) vizsgálatára.

Az egyik módszer egy hagyományos sav/bázis titrálás, a másik pedig spektrofotometriás módszer.

Melyik módszer az egyszerűbb/gyorsabb/pontosabb? Erre a kérdésekre keressük a választ.

Rövid összefoglaló

Tegyük fel, hogy egy gyógyszergyárban az analitikai laboratórium vezetője vagy. Kétféle módszer áll rendelkezésedre („klasszikus” analitikai titrálás és spektrofotometriás mérési módszer) hogy a vizsgálatra beküldött aszpirin tabletta hatóanyag tartalmát megvizsgáld. Melyik módszer a pontosabb illetve melyik az egyszerűbb?

Elvégzendő vizsgálatok

Gondold át – eddigi tanulmányaid alapján - hogyan tudnál acetil-szalicilsavat meghatározni !

A laboratóriumban (a fentebb említettek szerint) két módszerhez állnak rendelkezésre eszközök ill. anyagok.

1. Sav/bázis titrálás;
2. UV/VIS spektrofotometria

Szervezzetek két csoportot!

Az (A) csoport az aszpirin tisztaságát sav/bázis titrálással fogja vizsgálni. Minden részlet megtalálható a www.standardbase.com honlapon.

A (B) csoport az Aszpirint spektrofotometriás módszerrel vizsgálja. A mérési módszer megtalálható a

<http://services.juniata.edu/ScienceInMotion/chem/labs/ap/aspirin.doc> honlapon vagy tanárodtól kérj segítséget.

Szükséges idő

- Információ gyűjtés a könyvtárban, interneten - 45 perc
(Egy javasolt kiindulási hely: www.standardbase.com)
- Laboratóriumi munka: acetil-szalicilsav tartalom meghatározása aszpirin tablettából egy-egy választott módszerrel - 4 x 45 perc
- A gyakorlati munka elvégzése után a két mérési módszer eredményeinek összehasonlítása – 45 perc

A munka megkezdése előtt gondosan tanulmányozd a feladathoz kapcsolódó balesetvédelmi előírásokat!

Mérési eredmények

(A) és (B) csoport

Hasonlítsd össze a gyártó cég által megadott értékeket a mért értékekkel PL a következő feliratot találhatod egy Aszpirines dobozon: Each tablet contains 300 mg Aspirin; also contains microcrystalline cellulose (E460), hydroxypropyl methyl cellulose (E464)”)

Mennyire egyezik eredményed a megadottal?

Határozd meg mérési eredményeid átlagát és szórását!

Gondold át, hogy jelentős eltérés esetén hol hibázhattál?

Az A és B csoport összeülve készítsen egy összehasonlító táblázatot az eredményekről!

Beszélgétek meg következtetéseiteket tanárokkal!

Készítsetek néhány oldalas jegyzőkönyvet a végén összefoglaló táblázattal.

A jegyzőkönyv javasolt részei: elméleti összefoglalás, a méréshez használt eszközök leírása, a mérés menete pontokba szedve, mérési adatok táblázatba gyűjtve, összefoglaló táblázat (a mérési eredmények átlagával és szórásával).

Önellenőrző feladatok diákoknak

Válaszd meg az alábbi kérdéseket! Ha több mint 3 "NEM" válaszod van, konzultálj a tanároddal a teendőkről!

Korábban megszerzett ismereteid alapján illetve a csoportmunka során

1. A kulcsszavak alapján sikerült megfelelő információhoz jutnod?
2. A megadott cikkeken és honlapokon kívül találtál-e más hasznosítható információt?
3. Össze tudnád foglalni az A és B csoport mérési módszereinek előnyeit illetve hátrányait?
4. Mi a mérési módszered elve, össze tudod foglalni röviden?
5. Mértél már spektrofotométerrel/ van gyakorlatod a térfogatós analízisben (mérőoldat készítésben)?
6. Tudod mit jelent a pontosság, átlag ill. szórás?

A csoportmunka során

1. Meg tudtátok osztani arányosan az elvégzendő feladatokat?
2. Tudott segíteni csoporttársad a munkádban?
3. Meg tudod becsülni mérési eredményed realitását?
4. Összehasonlítottad mérési eredményeidet az elvárható értékkel, konzultáltatok erről egymás közt?

Ez a feladatcsoport arról szólt, hogyan kell alkalmazni a természettudományos ismereteket és a csapatmunkát a problémamegoldás során. Ismertesd 50-100 szóban, hogy

- milyen természettudományos készségeket és ismereteket használtál, és milyen hatékonyan alkalmaztad ezeket!
- hogyan tudtak a csoportod tagjai csapatmunkában együtt dolgozni és írd példákat is arra, hogy hogyan segítetted a többieket csoportban, vagy hogy segítettek ők téged! Mi a csapatmunka előnye?

Tanulói adatlap: Mérési eljárások

Feladatok

- Információ gyűjtés
- Az információk és a javasolt mérési eljárás megbeszélése
- A szükséges eszközök, vegyszerek, készülékek megbeszélése tanároddal
- A szükséges törzsoldat, mérőoldat, standard-ek elkészítése
- A titrálás/ kalibrációs görbe elkészítése
- A minta előkészítése a mérésre/titrálásra
- A minták megmérése
- Eredmények adatok összegyűjtése, rendszerezése

1. mérési módszer

Sav/bázis titrálás

A mérési eljárás megtalálható: *Determination of aspirin using acid/base titration*, www.standardbase.com weblapon

3-5 párhuzamos titrálás elvégzése javasolt.

2. mérési módszer

Spektrofotometriás mérési módszer

Kérhetsz tanári segítséget a mérési módszer részleteiről, de először próbálj meg megfelelő mérési módszert keresni az interneten.

3-5 párhuzamos titrálás elvégzése javasolt.

Ne feledkezz meg a hidrolízis során használt NaOH felesleg semlegesítéséről, melyet 0.1 mol/dm³ HCl oldattal célszerű elvégezni kb. pH = 5-ig, különben a feleslegben levő NaOH reagál a reagensként később adagolt FeCl₃ oldattal és csapadék képződik!

Szükség esetén a mintát hígítani kell, hogy a kalibrációs görbére essen a minta mért abszorbanciája.

Néhány fontos adat (SA: szalicilsav) (ASA: acetyl-szalicilsav):

Vegyület	Szalicilsav SA	Acetyl-szalicilsav ASA
Képlet	C ₇ H ₆ O ₃	C ₉ H ₈ O ₄
Moláris tömeg (g/mol)	138.12	180.15
K _a	1.08 × 10 ⁻³	2.72 × 10 ⁻⁵
pK _a	2.99	4.57
Vízben való oldhatóság (g/100 cm ³)	0.18	0.25

Tanári útmutató

Rövid áttekintés a mérési feladat céljairól

Ebben a feladatban a tanuló

- használja korábban megszerzett szakmai ismereteit (titrálás, Lambert-Beer törvény, kalibrációs görbe)
- sav/bázis titrálást illetve spektrofotometriás méréseket végez
- analitikai módszereket hasonlít össze
- használja az internetet, információt gyűjt
- csoportban dolgozva old meg feladatokat

Készségfejlesztés

A tanulók ebben a feladat típusban megtanulnak

- Korábbi ismereteiket felhasználva tudományos jellegű problémát megérteni, elemezni, megoldani
- mérési eredményeiket kiértékelni, ellenőrizni, összehasonlítani
- csoportban dolgozni, kapcsolatot tartani a többiekkel

Szervezés

Csoportok száma: min. 2

Javasolt minimális csoportlétszám: 2

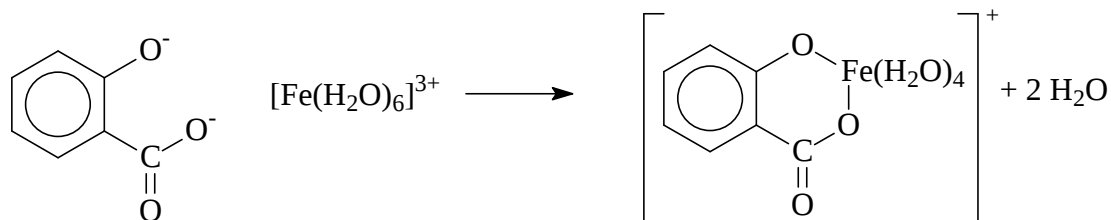
Óraterv a tanároknak

- Tanári bevezetés (10 perc)
 - Rendelkezésre álló eszközök, vegyszerek
 - Elvárások a méréssel kapcsolatban (tartalom, formai kívánalmak)
- Információ gyűjtés a könyvtárban, interneten, ellenőrző kérdések megbeszélése (35 perc)
- Gyakorlati laboratóriumi munka (az aszpirin minta előkészítése, hatóanyag tartalom (tisztaság) mérése két analitikai módszerrel (4 x 45 perc)
- Jegyzőkönyv-készítés, a két mérési módszer eredményének összehasonlítása (45 perc)

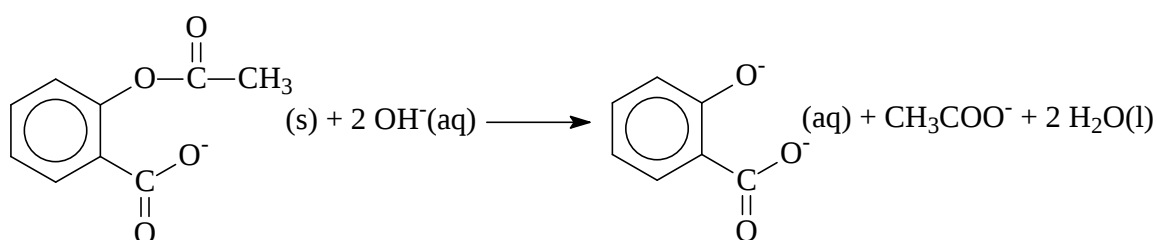
Gyakorlati tanácsok

(a spektrofotometriás módszerhez)

A mérés az alábbi színreakción alapul (lilás acetyl-salicylic-acid-complex):



Az aszpirin acetyl-csoportja nem adja ezt a színreakciót, tehát a fenti színreakció kialakulása érdekében előbb el kell hidrolizálni az aszpirint!



▪ Felszerelés és vegyszerek

Anyagok és CAS számaik

szalicilsav	69-72-7
Nátrium-hidroxid, NaOH	7647-01-0
Sósav-oldat, HCl	1310-73-8
vas(III)-klorid	10025-77-1

Készülékek

- UV-VIS spektrofotométer
- Kalibrált analitikai mérleg

Üvegeszközök

- 1000 cm³ mérőlombik ('A'-jelű)
- 250 cm³ mérőlombik ('A'-jelű)
- 100 cm³ mérőlombik
- tölcsér
- 25 cm³ buretta
- 20 cm³ pipetta ('A'-jelű)
- Erlenmeyer lombik

▪ Mérési eljárások, oldatok

1. módszer

Sav/bázis titrálás

A részletes leírás a [www. standardbase.com](http://www.standardbase.com) weboldalon található, a mérés címe : *Determination of aspirin using acid/base titration*

2. módszer

Spektrofotometriás módszer

Törzsoldat

250 mg szalicilsav feloldása(SA) 15-20 ml etanolban, majd adjunk hozzá150 ml ioncserélt vizet és töltsük föl 250 ml-re. A törzsoldat szalicilsav tartalma: 1 mg/cm³.

Reagens oldat

Oldjunk föl 10 g FeCl₃·6 H₂O-ot 0.1 mol/dm³ HCl oldatban, töltsük föl az oldatot 100 cm³ -re

Standard oldatok

A standard oldatsorozat tagjait tervezzük meg 0 – 100 mg/dm³ szalicilsav tartalomra (5 tagú oldatsorozat) - 100 cm³ -es mérőlombikokat használjunk. Még ne töltsük jelig az oldatsorozat tagjait tartalmazó lombikokat!

Minta előkészítés

- Hidrolizáljuk el az aszpirin tablettát (lásd az 1. mérési módszert), vigyük át kvantitatíve egy 250 cm³-es lombikba. Ezt az oldatot se állítsuk még jelre.
- Adagoljunk hozzá 0.1 mol/dm³ HCl oldatot pH = 5-ig.
- Minden mérőlombikba adjunk (standard oldatok + minta) 10 ml Fe³⁺ reagens oldatot, majd ioncserélt vízzel minden mérőlombikot állítsunk jelre.

Mérési eljárás

Mérjük az oldatok fényelnyelését 530 nm-en. Készítsünk kalibrációs görbét (pl. Microsoft Excel segítségével). Határozzuk meg a görbe alapján az Aszpirin tabletta hatóanyag tartalmát illetve tisztaságát!

TESZTFELADATOK

Válaszd ki a helyes választ!

1. Mi az Aszpirin hatóanyagának helyes kémiai elnevezése?
 - a) Szalicilsav
 - b) 2-acetoxi-benzoészav
 - c) 2-hydroxybenzoészav
 - d) N-(4-Hydroxi-fenil)etanamid
2. A nyers aszpirin olvadáspontja alacsonyabb a tiszta Aszpirin olvadáspontjánál?
 - a) nem
 - b) 1-2 °C -kal magasabb
 - c) azonos
 - d) igen
3. Miben oldódik jól az aszpirin?
 - a) vízben
 - b) acetonban
 - c) etil-alkoholban
 - d) NaCl oldatban
4. Melyik módszer pontosabb az acetil-szalicilsav meghatározásra?
 - a) Olvadáspont-mérés
 - b) Spektrofotometriás módszer
 - c) Titrálás
 - d) Vékonyréteg kromatográfia

A válaszokat pirossal írtuk a szövegbe.

TESZTFELADATOK

Válaszd ki a helyes választ!

1. Mi az Aszpirin hatóanyagának helyes kémiai elnevezése?
 - a. Szalicilsav
 - b. 2-acetoxi-benzoésav
 - c. 2-hydroxybenzoe sav
 - d. N-(4-Hydroxi-fenil)etanamid
2. A nyers aszpirin olvadáspontja alacsonyabb a tiszta Aszpirin olvadáspontjánál?
 - a. nem
 - b. 1-2 °C -kal magasabb
 - c. azonos
 - d. igen
3. Miben oldódik jól az aszpirin?
 - a. vízben
 - b. acetonban
 - c. etil-alkoholban
 - d. NaCl oldatban
4. Melyik módszer pontosabb az acetil-szalicilsav meghatározásra?
 - a. Olvadáspont-mérés
 - b. Spektrofotometriás módszer
 - c. Titrálás
 - d. Vékonyréteg kromatográfia

This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.