

## STANOVENÍ KYSELINY ACETYLSALICYLOVÉ V TABLETĚ ANALGETIKA

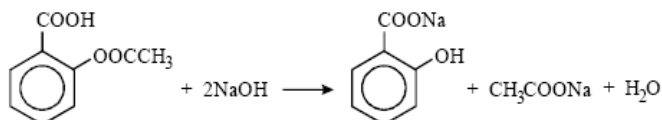
**Úkol:** Spektrofotometricky ověřte obsah kyseliny acetylsalicylové v tabletě Acylpyrinu nebo Aspirinu metodou kalibrační křivky.

**Chemikálie:** tableta Acylpyrinu (resp. Aspirinu nebo jiného přípravku s kyselinou acetylsalicylovou)  
1mol/l NaOH  
0,02mol/l roztok FeCl<sub>3</sub> o pH 1,6 (v pufru KCl + HCl)  
kyselina salicylová p.a.

**Pomůcky:** Erlenmayerova baňka 100ml  
Pipeta 10ml  
Vodní lázeň  
2x 250ml odměrná baňka, 5x 50ml odměrná baňka  
50ml odměrný válec  
50ml kádinka

### Princip stanovení:

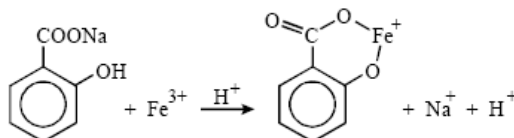
Za tepla v roztoku hydroxidu sodného dojde k hydrolýze kyseliny acetylsalicylové na kyselinu salicylovou a následně i k její neutralizaci na salicylan sodný. Jedna molekula kyseliny acetylsalicylové je hydrolyzována a následně neutralizována za vzniku jedné molekuly salicylanu sodného.



Kyselina salicylová,

popřípadě

salicylan sodný, poskytuje v kyselém prostředí se železitémi kationty fialový komplex, který je jako barevný produkt vhodný ke spektrofotometrickému stanovení. Komplex je v čase nestabilní, proto se musí měření absorbance provádět ihned po smíchání salicylanu s železitémi ionty.



### Postup:

#### I. část: Změření absorpčního spektra; příprava kalibračních roztoků:

1. Na analytických vahách navažte asi 0,400g kyseliny salicylové, přesnou navážku si запиšte:

2. Navážku kvantitativně převedte do 250ml odměrné baňky, přidejte 50ml destilované vody, 10ml 1M-NaOH a promíchejte. Doplněte po rysku destilovanou vodou.
3. Z navážky vypočítejte koncentraci kyseliny salicylové v jednotkách **mg/ml**. (navážku v mg vydělte objemem roztoku v mililitrech)

5. Na spektrometru ihned proměřte absorpční spektrum tohoto roztoku. Parametry spektra:

1. Vztažná kapalina: 0,02mol/l  $\text{FeCl}_3$
2. Rozsah A: 0 – 3
3. Rozsah  $\lambda$ : 400nm – 700nm
6. Spektrum nalepte do pracovního listu nebo jej načrtněte podle displeje spektrofotometru a určete vlnovou délku odpovídající absorpčnímu maximu:

7. Do čtyř 50ml odměrných baněk postupně odpipetuje ze zásobního roztoku 0,5ml, 1,0ml, 1,5ml a 2,5ml roztoku kyseliny salicylové a všechny doplňte po rysku roztokem železitých iontů.
8. Změřte ihned 3x absorbanci všech roztoků při vlnové délce odpovídající absorpčnímu maximu (viz bod 6) a doplňte je do tabulky, vztažnou kapalinou je roztok železitých iontů.

roztok	C [mg/ml]	$A_1$	$A_2$	$A_3$	$A_{\text{prům.}}$	F
I.						
II.						
III.						
Nezn. vz.						$F_{\text{prům.}}$

9. Vypočítejte koncentrace jednotlivých standardů v jednotkách **mg/ml** a doplňte je do tabulky. Dopočítejte rovněž hodnoty F a  $F_{\text{prům.}}$ .

## II. část: Příprava roztoku tablety léčiva pro měření; měření:

1. V Erlenmayerově baňce opatrně zahřívajte 10ml 1M-NaOH a tabletu k varu. Pak zahřívání ukončete a roztok ponechte ve vodní lázni ještě 5 až 10 minut, aby hydrolýza proběhla kvantitativně.

2. Veškerý roztok kvantitativně převedte do 250ml odměrné baňky destilovanou vodou (Erlenmayerovu baňku je nutné několikrát vypláchnout destilovanou vodou, aby se do odměrné baňky převedly všechny částičky látky), baňku doplňte po rysku vodou a důkladně promíchejte. Některé části tablety zůstanou pravděpodobně nerozpuštěné – ponechte je usadit a pro další práci použijte jen roztok nad usazeninou.
3. Do 50ml odměrné baňky odpipetujte 2,0ml tohoto roztoku a doplňte po rysku roztokem železitých iontů.
4. Na spektrometru ihned třikrát změřte absorbanci tohoto roztoku při stejné vlnové délce jako ostatní roztoky, údaje doplňte do tabulky na str. 2 (vztažnou kapalinou je roztok železitých iontů).
5. Získaná data vyhodnoťte jak numericky, tak graficky. Oběma způsoby řešení získáte koncentraci **kyseliny salicylové** v **mg/ml** (v těchto jednotkách byly určeny koncentrace standardů) **ve zředěném roztoku** (viz bod 3).

### III. část: Vypočítání obsahu kyseliny acetylsalicylové v tabletě:

1. Vypočítá se koncentrace kyseliny salicylové v původním, hydrolyzovaném roztoku, před zředěním.
2. Vypočítá se celkový obsah (mg) kyseliny salicylové v roztoku (viz bod 2 v předchozí části).
3. Přepočítá se množství kyseliny salicylové na množství kyseliny acetylsalicylové (viz Princip stanovení). Je nutné znát molární hmotnosti obou kyselin.  $M_r(\text{Ac.salicylicum}) = 138,11$ ,  $M_r(\text{Ac.acetylsalicylicum}) = 180,16$
4. Porovná se získaná hodnota s deklarovaným množstvím na obalu léčiva.

#### Otázky a úkoly:

1. Vyjmenujte farmakologicky důležité vlastnosti kyseliny acetylsalicylové – uveďte latinský i český název účinků.

2. Jak se nazývá funkční skupina, vázaná na benzenovém jádře v kyselině salicylové, která je zodpovědná za vznik zbarvení s  $\text{Fe}^{3+}$  ionty? Jmenujte tři další látky, které takto vázanou funkční skupinu obsahují a rovněž poskytují zbarvení s  $\text{Fe}^{3+}$  ionty.

**Experimentální výsledky, odpovědi na otázky a úkoly:**

**Závěr:**