

ΤΟΠΙΚΟΣ ΔΙΑΓΩΝΙΣΜΟΣ EUSO 2016
ΕΚΦΕ ΘΗΡΑΣ

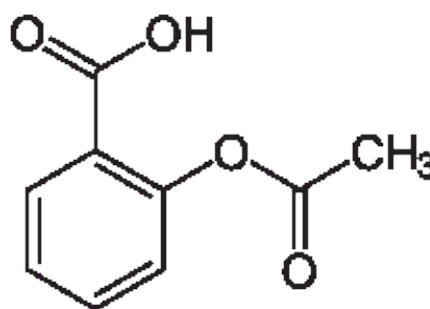
ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΜΑΘΗΤΩΝ - ΧΗΜΕΙΑ

Μαθητές
1.
2.
3.

Ποσοτικός προσδιορισμός του ακετυλοσαλικυλικού οξέος που περιέχεται στην ασπιρίνη

Εισαγωγή – Επισημάνσεις από τη θεωρία

Η ασπιρίνη ανήκει στην κατηγορία των αναλγητικών και αντιπυρετικών φαρμάκων με δραστικό συστατικό το ακετυλοσαλικυλικό οξύ $\text{CH}_3\text{COOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$. ($M_r = 180$). Στο δισκίο ασπιρίνη περιέχονται σε μικρή ποσότητα έκδοχα όπως το άμυλο. Το ακετυλοσαλικυλικό οξύ, είναι μια οργανική ένωση, η οποία διαθέτει μία εστερομάδα και μία καρβοξυλομάδα. Η αντίδρασή του με μια ισχυρή βάση, όπως το υδροξείδιο του νατρίου, δίνει τη δυνατότητα να προσδιορίσουμε στο εργαστήριο την περιεκτικότητα της ασπιρίνης σε ακετυλοσαλικυλικό οξύ με δύο τρόπους:



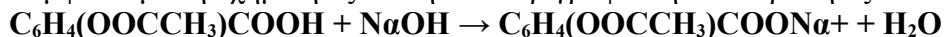
➤ Με **έμμεση ογκομέτρηση**, όπου περίσσεια NaOH αντιδρά σε υψηλή θερμοκρασία τόσο με την εστερική όσο και με την καρβοξυλική ομάδα. Η περίσσεια του NaOH ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα HCl . Το ακετυλοσαλικυλικό οξύ υδρολύεται (διάσπαση του εστέρα) από διάλυμα NaOH , σε αιθανικό νάτριο, CH_3COONa , και σαλικυλικό νάτριο, $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COONa}$ σύμφωνα με την αντίδραση:



Η μέθοδος στηρίζεται στον ογκομετρικό προσδιορισμό του NaOH που περισσεύει μετά την αντίδραση συγκεκριμένης μάζας ασπιρίνης με γνωστή ποσότητα NaOH . Έτσι μπορεί να υπολογιστεί η ποσότητα του NaOH που αντέδρασε και κατ'έπείταση η ποσότητα του ακετυλοσαλικυλικού οξέος.

➤ Με **άμεση ογκομέτρηση** με αραιό διάλυμα NaOH γνωστής συγκέντρωσης, σε θερμοκρασία δωματίου, στην οποία αντιδρά μόνο η καρβοξυλομάδα. Η παρακολούθηση της ογκομέτρησης μπορεί να γίνει με κατάλληλο δείκτη. Αυτή τη διαδικασία προσδιορισμού θα ακολουθήσετε και εσείς.

Το ακετυλοσαλικυλικό οξύ αντιδρά με το NaOH σε υδατικό διάλυμα αιθανόλης. Σύμφωνα με την χημική εξίσωση που περιγράφει την αντίδραση εξουδετέρωσης:



Σύντομη περιγραφή της πειραματικής δραστηριότητας

Στόχος της άσκησης είναι να προσδιορίσετε ογκομετρικά την % w/w περιεκτικότητα της ασπιρίνης σε ακετυλοσαλικυλικό οξύ. Ο προσδιορισμός θα γίνει με ογκομέτρηση διαλύματος ακετυλοσαλικυλικού οξέος άγνωστης περιεκτικότητας με πρότυπο διάλυμα NaOH . Πιο συγκεκριμένα στη διαδικασία αυτή θα υπολογίσετε τον όγκο διαλύματος NaOH 0,2M (πρότυπο διάλυμα) που θα χρειασθεί για να αντιδράσει πλήρως με το διάλυμα ακετυλοσαλικυλικού οξέος. Η ογκομέτρηση ολοκληρώνεται όταν γίνει πλήρης εξουδετέρωση του οξέος από τη βάση, σημείο που σηματοδοτεί η

χρωματική αλλαγή ενός δείκτη. Στην συγκεκριμένη άσκηση θα χρησιμοποιηθεί ο δείκτης φαινολοφθαλεΐνη ο οποίος είναι άχρωμος σε όξινο pH και ροζ σε αλκαλικό pH.

Όργανα και υλικά

Ορθοστάτης με βάση	Προστατευτικά γυαλιά
Προχοΐδα	Διάλυμα NaOH 2M
Κωνική φιάλη 250 ml	φαινολοφθαλεΐνη
Ογκομετρική φιάλη 100 ml	Ασπιρίνη σε σκόνη
Σιφόνιο πλήρωσης 10 ml με πουάρ τριών βαλβίδων	Απιονισμένο νερό
Ογκομετρικοί κύλινδροι	αιθανόλη
Υδροβολέας	Μαγνητικός αναδευτήρας
Χωνί	ρολόι
Ηλεκτρονικός ζυγός	Μαγνητικός αναδευτήρας με μαγνήτη ανάδευσης
Ποτήρια ζέσης	

Πειραματική διαδικασία - Επεξεργασία πειραματικών δεδομένων

(Για τους υπολογισμούς σας δίνονται: Ar: O = 16, H = 1, Cl = 35,5, C = 12, Na = 23

A. Παρασκευή διαλύματος συγκέντρωσης 0,2M NaOH με αραιώση πρότυπου διαλύματος 2M NaOH

Να αραιώσετε το διάλυμα 2M NaOH, κάνοντας και υπολογισμούς έτσι ώστε να παρασκευάσετε 100 ml διαλύματος 0,2M NaOH.

Να καταγράψετε τα όργανα που θα χρησιμοποιήσετε εξηγώντας τις επιλογές σας:

.....

Υπολογισμοί αραιώσης :

.....

Άρα ο όγκος του διαλύματος 2M NaOH που θα χρειαστεί είναι:

$V_{NaOH} = \dots\dots\dots mL$

1. Με τη βοήθεια του χωνιού γεμίστε προσεκτικά την προχοΐδα με διάλυμα NaOH 0,2M. Καταγράψτε την ένδειξη της προχοΐδας.

Αρχική ένδειξη προχοΐδας = mL

2. Ζυγίστε στην κωνική φιάλη 0,6g σκόνη ασπιρίνης.

3. Προσθέστε περίπου 80 mL απιονισμένο νερό.

4. Προσθέστε περίπου 20 mL αιθανόλης.

5. Προσθέστε στην κωνική φιάλη με 4 – 5 σταγόνες δείκτη φαινολοφθαλεΐνης.

6. Τοποθετείτε την κωνική φιάλη πάνω στο μαγνητικό αναδευτήρα – προσθέτοντας και το μαγνητάκι ανάδευσης - κάτω ακριβώς από την προχοΐδα. Ανοίξτε μόνο το

διακόπτη της ανάδευσης και περιστρέψτε το κουμπί (ροοστάτη) ώστε να αρχίσει η ανάδευση σιγά-σιγά.

7. Αφήστε το διάλυμα να αναδεύεται για περίπου 5 λεπτά ώστε να διαλυθεί η ασπιρίνη όσο γίνεται περισσότερο.

8. Ανοίξτε τη στρόφιγγα της προχοϊδας ώστε να πέφτει το πρότυπο διάλυμα του NaOH.

9. Μετά από κάποια προστιθέμενη ποσότητα NaOH το χρώμα του διαλύματος αλλάζει (γίνεται **ροζ**), αλλά μετά από λίγα δευτερόλεπτα ή και λίγα λεπτά, επανέρχεται στον αρχικό χρωματισμό του, διότι το στερεό ακόμα αδιάλυτο ακετυλοσαλικυλικό οξύ διαλύεται σταδιακά στο ολοένα και πιο βασικό διάλυμα.

10. Συνεχίστε την προσθήκη NaOH και όταν το ροζ χρώμα παραμένει για μερικά δευτερόλεπτα, να συνεχίσετε την προσθήκη του NaOH σταγόνα – σταγόνα ρυθμίζοντας πολύ προσεκτικά τη ροή από τη στρόφιγγα της προχοϊδας.

11. Όταν σταθεροποιηθεί η αλλαγή του χρωματισμού του διαλύματος και το ροζ χρώμα **διατηρείται για πάνω από 5 λεπτά** τότε βρίσκεστε στο σημείο της πλήρους εξουδετέρωσης.

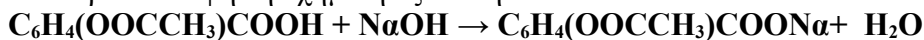
12. Τότε κλείστε τη στρόφιγγα και καταγράψτε τα mL του NaOH που καταναλώθηκαν.

Τελική ένδειξη προχοϊδας = mL

Να επαναλάβετε τα βήματα από 2 ως και 12 για άλλη μια φορά, αφού πρώτα πλύνετε καλά την κωνική φιάλη. Συμπληρώστε τον πίνακα.

13. Από τον όγκο του πρότυπου διαλύματος NaOH 0,2M που καταναλώθηκε για την πλήρη εξουδετέρωση του ακετυλικού οξέος να υπολογίσετε την % w/w περιεκτικότητα της ασπιρίνης σε ακετυλοσαλικυλικό οξύ. (**Μg ακετυλοσαλικυλικού οξέος = 180**).

Να λάβετε υπόψη την χημική εξίσωση:



14. Συμπληρώστε τον παρακάτω πίνακα κάνοντας τους σχετικούς υπολογισμούς:

.....

.....

.....

.....

.....

Μάζα ασπιρίνης		
	1η	2η
	ογκομέτρηση	ογκομέτρηση
Αρχική ένδειξη προχοϊδας		
Τελική ένδειξη προχοϊδας		
Όγκος NaOH 0,2M που καταναλώθηκε		
	Μέση τιμή όγκου NaOH που καταναλώθηκε	
mol NaOH		
mol Ακετυλοσαλικυλικού οξέος		
% w/w περιεκτικότητα της ασπιρίνης σε ακετυλοσαλικυλικού οξύ (καθαρότητα δείγματος)		

1. Αν για την εξουδετέρωση χρησιμοποιούσατε αντί για διάλυμα NaOH, διάλυμα Ca(OH)₂, θα καταναλώνονταν ο ίδιος όγκος διαλύματος;

.....
.....
.....

2. Στη συσκευασία της σκόνης ασπιρίνης αναγράφεται ότι σε 0,6g ασπιρίνης περιέχονται 570mg ακετυλοσαλικυλικού οξέος. Να υπολογίσετε το % απόκλιση των δικών σας αποτελεσμάτων.

.....
.....
.....

3. Να αναφέρετε τρεις λόγους για τους οποίους υπάρχει αυτή η απόκλιση.

.....
.....
.....
.....

4. Μια άλλη ομάδα μαθητών χρησιμοποίησε την τεχνική της έμμεσης ογκομέτρησης. Σύμφωνα με τους υπολογισμούς της καταναλώθηκαν 20 mL διαλύματος HCl συγκέντρωσης 4M για την ογκομέτρηση της περίσσειας του NaOH. Αν η αρχική ποσότητα του NaOH ήταν 4g και η καθαρότητα της σκόνης ασπιρίνης είναι 80%, να βρείτε τη μάζα της σκόνης της ασπιρίνης που χρησιμοποιήθηκε.

.....
.....
.....
.....
.....