

22. Anàlisi de l'aspirina

Objectius

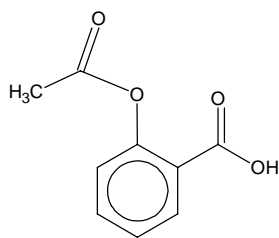
- Determinar el percentatge d'àcid acetilsalicílic que contenen les aspirines.
- Practicar la tècnica d'anàlisi de *valoració per retrocés*.

Introducció

L'aspirina és el fàrmac més conegut i el més emprat arreu del món. Serveix com a calmant del dolor (analgèsic) i per fer abaixar la febre (antipirètic). En les condicions àcides que imperen a l'estómac, l'aspirina no reacciona, però en entrar dins els intestins els "sucs" alcalins l'hidrolitzen a ions acetat i a ions salicilat. Són els ions salicilat els responsables dels efectes analgèsics i antipirètics.

El nom *Aspirina* és conegut des de l'any 1899 quan l'empresa alemanya *Bayer* el va registrar com a nom comercial.

L'anàlisi de l'aspirina que has de fer en aquest treball pràctic consisteix a determinar quina quantitat d'àcid acetilsalicílic hi ha en un comprimit. Semblaria que una valoració



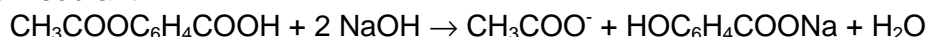
molècula d'àcid acetilsalicílic

amb una base forta com l'hidròxid de sodi seria la tècnica correcta. És així perquè la molècula d'àcid acetilsalicílic té dos grups funcionals que reaccionen amb els ions hidròxid. Un és el grup àcid carboxílic (-COOH), l'altre és el grup èster. La detecció del punt final en les condicions habituals seria problemàtica, per això s'utilitza la tècnica de la valoració per retrocés.

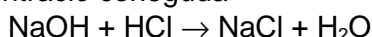
Valorar per retrocés consisteix a fer reaccionar un excés d'hidròxid de sodi amb l'àcid de l'aspirina i després valorar l'hidròxid de sodi que no ha reaccionat amb àcid clorhídric.

Les dues equacions de les reaccions químiques són:




- a) Afegim excés de NaOH a l'aspirina. Reacciona tot l'àcid acetilsalicílic i queda NaOH sobrant:



- b) A continuació l'excés de NaOH que no ha reaccionat es valora amb dissolució d'àcid clorhídric de concentració coneguda



Material i Equipament

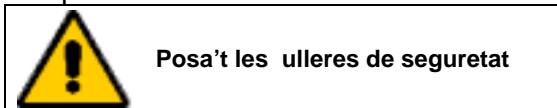
Equipament	Reactius i altres materials	
<ul style="list-style-type: none"> – Pipeta de 25 cm³ amb succionador – Bureta de 50 cm³ – Vas de precipitats de 100 cm³ – Matràs aforat de 250 cm³ – Matràs erlenmeyer de 250 cm³ – Suport i pinces per bureta – Bec de Bunsen, trespeus i reixeta – Embut – Balances de sensibilitat 0,01 g 	<ul style="list-style-type: none"> – Dissolució de NaOH 1,0 mol.dm³ – Dissolució HCl 0,10 mol.dm³ – Dissolució de fenoltaleïna – Aspirines 	 
		Ulleres de seguretat

Procediment

Muntatge i execució de l'experiència

Primera part: hidròlisi de l'àcid acetilsalicílic per reacció amb excés d'hidròxid de sodi.

1. Pesa exactament tres comprimits d'ASPIRINA® en un matràs erlenmeyer. Pren nota del pes.



2. Mesura amb una pipeta 25 cm³ de la dissolució d'hidròxid de sodi i aboca'ls sobre la mostra d'aspirina. Afegeix un volum igual d'aigua destil·lada. Escalfa i agita amb suavitat la mescla durant 10 minuts per hidrolitzar l'àcid acetilsalicílic.

3. Deixa refredar la mescla i passa-la a un matràs aforat de 250 cm³. Esbaldeix diverses vegades l'erlenmeyer amb aigua destil·lada i buida aquesta aigua en el matràs aforat. Acaba d'omplir-lo fins arrasar amb aigua destil·lada.

Segona part: Valoració de l'excés de NaOH que no ha reaccionat .

4. Fes servir la pipeta per agafar 25 cm³ de la dissolució del matràs aforat i posa'ls en el matràs erlenmeyer. Afegeix unes gotes de dissolució de l'indicador fenolftaleïna, la dissolució agafarà un color rosat a causa del medi bàsic.

5. Omple la bureta amb la dissolució de HCl. Assegura't que està ben arrasada i no queda una bombolla d'aire a la part inferior de la bureta.

6. Valora els 25 cm³ de la dissolució d'hidròxid de sodi. Recorda que la desaparició del color rosat indica que has arribat al punt final. Repeteix la valoració les vegades necessàries fins que dues de les lectures del volum gastat de la bureta siguin coincidents o difereixin només en 0,1 cm³. Pren nota de les lectures de la bureta.

7. Neteja i guarda el material emprat.

Conclusions

Anàlisi de les dades

Els càlculs que has de fer són els següents:

- La quantitat de NaOH afegida a la mostra d'aspirina n_0
- La quantitat de NaOH que has valorat amb l'àcid, que correspon al NaOH que ha quedat sense reaccionar n_f
- La quantitat de NaOH que ha reaccionat amb l'àcid acetilsalicílic: $n_0 - n_f$
- La quantitat d'àcid acetilsalicílic que havia en l'aspirina (recorda que l'estequiometria de la reacció és de 2 mol NaOH: 1 mol àc. acetilsalicílic)
- La massa d'àcid salicílic que ha reaccionat ($M_r = 180$)
- El percentatge d'àcid salicílic en la mostra d'aspirina

Fes la mitjana amb el resultat del que han trobat altres companys i companyes. (Si algun dels valors és molt discrepant, no es té en compte a l'hora de fer la mitjana.)

Qüestionari

- 1.** Pesa un comprimit d'aspirina i pren nota de la massa d'àcid salicílic indicat a l'envàs. Comprova si el percentatge en àcid d'un comprimit coincideix amb el que has trobat.
- 2.** Si hi ha diferències grans, indica els passos del procediment que poden ser les fonts d'error més importants.
- 3.** En la hidròlisi de l'àcid acetilsalicílic es fa servir dissolució d'hidròxid de sodi força concentrada. Quin motiu hi pot haver?

Anàlisi de l'aspirina

Material per al professorat

Orientacions didàctiques

Temporització

- 1 hora per a l'experimentació
- 1 hora per a les conclusions i el qüestionari (a casa)

Alumnes als quals s'adreça l'experiència

Alumnes de batxillerat

Orientacions metodològiques

Aquest treball pràctic s'ha de fer quan els alumnes ja han tingut ocasió de fer una valoració àcid-base o han vist una demostració de com es fa (en un vídeo, en un programa de simulació o directament perquè s'ha fet abans). Per tant ja han de saber: com arrasar un matràs aforat, com omplir correctament una bureta, com usar una pipeta amb el succionador i com es fan els càlculs estequiomètrics en una valoració. També se suposa que tenen coneixement del paper dels indicadors àcid-base en la detecció del punt final d'una valoració i estan familiaritzats amb els càlculs estequiomètrics.

Orientacions tècniques

Si no es vol fer la valoració per retrocés, es pot seguir el següent procediment:

1. Triturar un comprimit d'aspirina en un morter.
2. Amb una espàtula transferir tot el que es pugui de la pols a un vidre de rellotge. Pesat el conjunt.
3. Mesurar 10 cm^3 d'etanol del 96% i posar-los en un matràs erlenmeyer de 100 cm^3 i afegir unes gotes de dissolució de fenolftaleïna.
4. Fent servir l'espàtula, buidar la pols del vidre de rellotge dins el matràs amb etanol.
5. Tornar a pesar el vidre de rellotge.
6. Remenar amb suavitat el matràs erlenmeyer fins que tot s'hagi dissolt.
7. Valorar amb dissolució de $\text{NaOH } 0,1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ fins que es vegi l'aparició d'un color rosat.
8. Repetir tots els passos amb un altre comprimit.

La reacció és una neutralització (només reacciona el grup àcid carboxílic de la molècula de acetilsalicílic). A temperatura ambient no hi ha reacció del grup èster.

Per evitar confusions en el vocabulari farmacèutic, s'inclou un breu diccionari:

COMPRIMIT

Pólvores amassades i comprimides amb una màquina. El comprimit conté el principi actiu i els excipients.
Ex: aspirina

DRAGEA (cast. "gragea")

Generalment té un nucli comprimit recobert de diverses capes que formen l'embolcall la més important i gruixuda és de sacarosa.

Ex: els confits o "peladillas", anomenats en català "papabenets"

GRÀNULS PÍNDOLES BOLS

Formes esfèriques. Es diferencien per la mida (inferior a 50 mg són grànuls; de 50 a 300 mg són píndoles; majors de 300 mg són bols).

Generalment s'obtenen per amassat.

"TABLETAS" (només en castellà, en català es diuen **PASTILLES**)

Generalment amassades en fred. Porten el principi actiu i sucre, goma aràbiga o goma d'adragant

Ex: les "Juanola"

PASTILLES

Aglutinades en calent. Porten el principi actiu i sucre amb goma aràbiga. Per preparar-les es mesclen ingredients al bany maria durant 2 o 3 hores amb agitació continua, es deixa refredar i es dona la forma o es talla amb màquina.

El % de goma és superior al de les "tabletas"

Ex: "Ricola"

GRANULATS

Diferents pólvores aglutinades en fred, amassades i passades per cedaç fins a tenir la mida desitjada.

CÀPSULES

L'embolcall acostuma a ser de gelatina, l'interior conté el fàrmac.

Informació proporcionada pel Sr. Daniel de María. Químic farmacèutic

Gestió de residus: poden llençar-se a la pica.

Conclusions

Resultats esperats

Els valors trobats s'acosten força al que indica l'envàs (0,5 g d'àcid salicílic en un comprimit de 0,6 g)

Respostes al qüestionari

1. Pesa un comprimit d'aspirina i pren nota de la massa d'àcid salicílic indicat a l'envàs. Comprova si el percentatge en àcid d'un comprimit coincideix amb el que has trobat.

2. Si hi ha diferències grans, indica els passos del procediment que poden ser les fonts d'error més importants.

No s'ha hidrolitzat totalment l'àcid acetilsalicílic. També importa revisar els càlculs.

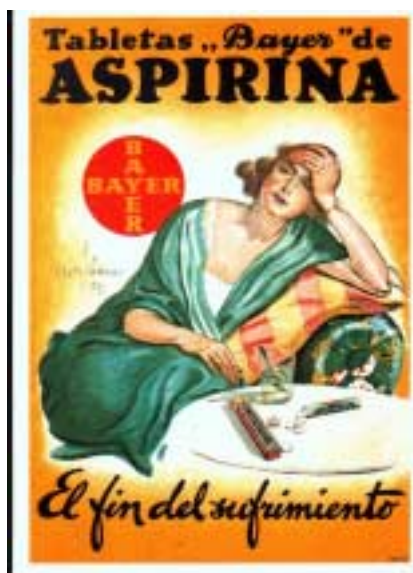
3. En la hidròlisi de l'àcid acetilsalicílic es fa servir dissolució d'hidròxid de sodi força concentrada. Quin motiu hi pot haver?

Assegurar-se que hi ha un excés de NaOH.

Criteris d'avaluació

Es pot emprar la següent plantilla on es van apuntant els passos procedimentals que és desitjable que els alumnes dominin:

Pas del procediment	Acció	SÍ	NO
5	Omple bé la bureta? (No han de quedar bombolles d'aire a la punta)		
6	Repeteix la valoració diverses vegades?		
SEGURETAT	Es posa les ulleres de seguretat?		
CÀLCULS	Fa els càlculs sense demanar ajut?		
	Fa ús correcte de les xifres significatives?		



Propostes de recerca

Són possibles diverses investigacions lligades al tema:

- Assaig de la solubilitat de l'aspirina en dissolvents com etanol, metanol, hexà...
- Comparació del contingut en àcid acetilsalicílic de diferents fàrmacs
- Extracció de l'àcid salicílic de l'escorça del salze
- Síntesi de l'aspirina

Vegeu informació i protocols d'aquests experiments en:

- Düntsh, A. "La química orgànica sin dolores de cabeza con ASPIRINA®" Alambique nº 31 (p. 73 a 81)
- Projecte Salters de química de batxillerat. Unitat "Què és una medecina?" Departament d'Ensenyament. (En els Centres de Recursos Pedagògics)