

Analyse von Aspirin (Gesetz von Beer-Lambert)



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

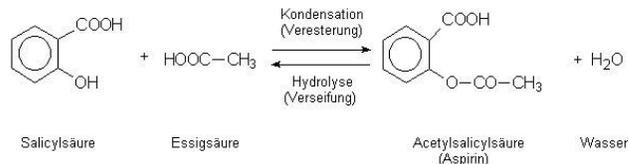
Klassenstufe	Oberthemen	Unterthemen	Anforderungsniveau	Durchführungsniveau	Vorbereitung
Sek 2	Mensch und Umwelt	Arzneistoffe	• • •	•	15 Min.

Aufgabenstellung

Bestimme die Menge an Acetylsalicylsäure in einer Aspirin Tablette. Vergleiche die experimentell bestimmte Menge mit den Normen.

1. Hintergrund

Eine Klasse von Verbindungen, die Salicylate genannt werden, werden auf natürliche und künstliche Weise aus der Verbindung Salicylsäure gewonnen. Salicylsäure ist in Produkten wie Zahnpasta, Warzenentferner, Aknecreme und Schuppenshampoo enthalten. Wie in Abbildung 1 dargestellt, entsteht bei der Reaktion von Salicylsäure mit Essigsäureanhydrid der Wirkstoff von Aspirin - Acetylsalicylsäure (ASS). Wie bei jedem Medikament nimmt die Toxizität von Salicylsäure und ASS mit steigender Dosis zu.



Im späten 19. Jahrhundert wurden Salicylate aufgrund ihrer antiseptischen Eigenschaften routinemäßig als Konservierungsstoffe für Lebensmittel verwendet. Salicylate konnten die Haltbarkeit von frischen Lebensmitteln wie Fleisch und Eiern verlängern, aber ein übermäßiger Gebrauch dieses Zusatzstoffs führte bei den Verbrauchern zu Krankheiten und manchmal zum Tod. Ein Gesetz verbot die Verwendung einiger Substanzen als Lebensmittelzusatzstoffe ganz und beschränkte die Menge anderer potenziell schädlicher Stoffe. Die Hersteller von Lebensmitteln und Medikamenten wurden außerdem verpflichtet, die Wirkstoffe auf den Produktverpackungen anzugeben, und das Gesetz legte Reinheitsgrade für diese Inhaltsstoffe fest. Die Verbraucher können den ASS-Gehalt deutlich auf einer Aspirinflasche erkennen. Nach den Richtlinien muss eine Aspirin-tablette $\pm 10\%$ der auf dem Etikett angegebenen ASS-Menge enthalten. Eine 325-mg-Aspirin-tablette muss zum Beispiel zwischen 292,5 mg und 357,5 mg ASS enthalten.

Mit einem Ultraviolett-/VIS-Spektrometer (UV/VIS) können Lösungen analysiert werden, die Licht vom nahen Infrarotbereich über das sichtbare Spektrum bis hin zu ultravioletten Wellenlängen absorbieren. Mit der UV-VIS-Spektrometrie können Wissenschaftler/innen die Reinheit und Konzentration von Substanzen bestimmen, die sowohl farblose als auch farbige Lösungen bilden. Die Spektrometrie wird routinemäßig bei der Qualitäts- und Prozesskontrolle in vielen Branchen eingesetzt, z. B. in der Pharmaindustrie, der Lebensmittel- und Getränkeindustrie, bei Umweltprüfungen, in der chemischen Produktion und in der Biotechnologie. In dieser Untersuchung wird die Spektrometrie eingesetzt, um die Menge an ASS in einer einzelnen Aspirin-tablette zu bestimmen, indem die Absorption mehrerer farbloser ASS-Lösungen unterschiedlicher Konzentrationen mit der Absorption einer Lösung verglichen wird, die aus einer einzelnen Tablettenprobe hergestellt wurde. Dies ist eine Anwendung des Beerschen Gesetzes.

Das Beersche Gesetz besagt, dass die Lichtabsorption und die Konzentration der Lösung direkt proportional sind, wenn die Absorptionswerte nicht über 1,0 liegen. Eine hochkonzentrierte Lösung hat mehr gelöste Teilchen, die Licht absorbieren können, als eine weniger konzentrierte Lösung. Je höher die Konzentration der Lösung ist, desto mehr Licht wird von den gelösten Teilchen absorbiert. Höhere Lösungskonzentrationen führen zu einer höheren Absorptionsanzeige auf dem Spektrometer. Die direkte Beziehung zwischen Absorption und Konzentration kann verwendet werden, um eine Kalibrierungskurve für die

Produktanalyse zu erstellen. In dieser Untersuchung wird die lineare Gleichung, die von einer ASS-Standardkurve abgeleitet wurde, verwendet, um die Konzentration einer Lösung aus einer zerkleinerten Aspirin-Tablette zu bestimmen.

2. Materialien und Ausrüstung

- kostenlose Spektrometer Software (pasco.com/download)
- UV-Vis-Spektrometer (Best.Nr.: [1214014](#))
- Quarzküvetten mit Kappen (7)
- Analysenwaage (Ablesbarkeit: 0,0001 g)
- Messkolben, 100-mL
- Trichter, passend zum Messkolben
- Becherglas, 100-mL
- Messzylinder, 10-mL
- Messpipette und Messkolben, 10-mL
- Einwegpipetten (2)
- Mörser und Stößel
- Filtrationsgerät und Filterpapier
- Acetylsalicylsäure (ASS)-Lösungen (5)
- Aspirin-Tablette
- Destilliertes Wasser
- Ethanol, 95%

3. Sicherheit

Zur Sicherheit immer Handschuhe tragen.

4. Versuchsablauf

1. Schalte das UV-VIS-Spektrometer ein und verbinde es mit deinem Gerät. Öffne die Spektrometrie-App.
2. Beschrifte die Pipetten für die Verwendung mit Ethanol und Wasser.
3. Gib 0,8 ml Ethanol und 9,2 ml destilliertes Wasser in das 100-mL-Becherglas und verrühre es, um es zu mischen. Dies ist die Kalibrierungslösung.
4. Fülle eine Küvette mit der Eichlösung. Beschrifte den Deckel und stelle die Kalibrierküvette beiseite.
5. HINWEIS: Fülle die Küvetten zu $\frac{3}{4}$ und halte sie an den gefrosteten Seiten. Überfülle sie nicht. Wenn Blasen vorhanden sind, klopf die Küvette vorsichtig ab, um die Blasen zu entfernen.
6. Die Acetylsalicylsäure (ASS)-Lösungen A, B, C, D und E wurden aus einer Ethanol-Stammlösung mit einer Konzentration von $2,22 \times 10^{-3}$ M hergestellt. Jede Lösung wurde

mit destilliertem Wasser verdünnt und in einem 100-mL-Messkolben auf das Volumen gebracht. Die verwendeten Volumina der Stammlösungen sind in Tabelle 1 aufgeführt. Benutze die Verdünnungsgleichung ($M_1V_1 = M_2V_2$), um die Molaritäten der Lösungen A, B, C, D und E zu berechnen und trage deine Antworten in Tabelle 1 ein. Zeige ein Rechenbeispiel in dem Feld unter Tabelle.

7. Wandle die Molaritäten der Lösungen in millimolare (mM) um, indem du sie mit 1.000 multiplizierst. Trage deine Antworten als Dezimalzahlen in der Tabelle ein. Bereite 5 Küvetten mit den ASS-Lösungen A, B, C, D und E vor. Beschrifte die Deckel.
8. Nimm eine 325-mg-Tablette aus einer Aspirinflasche und überprüfe den Aspirin- oder ASS-Gehalt anhand des Etiketts. Notiere die Masse der Tablette in dem Feld unter der Tabelle.
9. Zerstoße die Tablette mit einem Mörser und Stößel zu einem feinen Pulver.
10. Miss etwa 0,0400 g des Tablettenpulvers ab; notiere die genaue Masse in dem Feld unter Tabelle 1.
11. Stelle den Trichter in den Messkolben. Gib das Pulver in den Messkolben und gieße dann langsam Ethanol durch den Trichter in den Messkolben. Wenn du dich der Eichlinie auf dem Kolben nähert, nimm den Trichter ab. Fülle den Kolben mit einer Pipette mit so viel Ethanol, dass der Boden des Meniskus die Eichgerade erreicht. Verschließe den Kolben und schüttele ihn, bis sich der Feststoff aufgelöst hat, dann drehe den Kolben mehrmals um.
12. Filtriere die Lösung nach den Anweisungen deines Ausbilders. Eine Vorrichtung zum Filtrieren von Proben ist in Abbildung 2 dargestellt. Gieße die Lösung in einen Buchner-Trichter, der einen quantitativen Scheibenfilter enthält. Der Schlauch, der aus dem zweiten Filterkolben herausführt, wird mit einer handbetriebenen Vakuumpumpe oder einem Wassersauger verbunden.

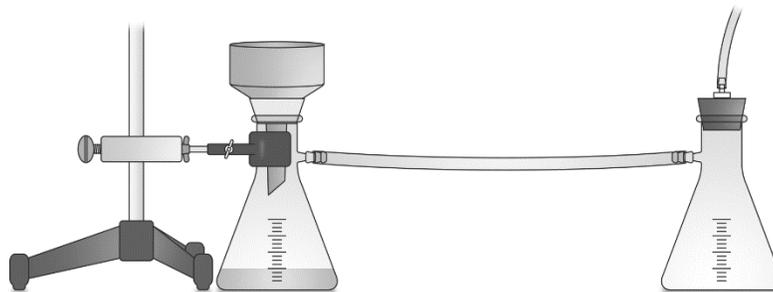


Figure 1: Beispiel Vakuumfiltration

13. Spüle den Messkolben und seinen Deckel gründlich mit destilliertem Wasser aus.
14. Benutze die Messpipette, um 6 ml der gefilterten Lösung in den Messkolben zu geben. Gieße langsam destilliertes Wasser in den Messkolben. Wenn du dich der Kalibrierungslinie auf dem Kolben nähert, fülle den Kolben mit einer Pipette mit so viel destilliertem Wasser, dass der Boden des Meniskus die Kalibrierungslinie erreicht. Verschließe den Kolben und drehe ihn mehrmals um.

15. Bereite eine Küvette mit der Endverdünnung der Aspirinprobe vor. Beschrifte den Deckel.
16. Kalibriere das Spektrometer mit der Kalibrierungslösung.
HINWEIS: Wische die klaren Seiten der Küvette mit einem fusselfreien Brillenputztuch ab. Richte die Küvette so aus, dass das Licht durch die klaren Seiten der Küvette fällt. Das weiße Lichtsymbol auf dem Spektrometer zeigt an, wo sich die Lichtquelle befindet.
17. Beginne mit der Datenaufzeichnung. Stelle die Lösung D in das Spektrometer. Bewege das Koordinatenwerkzeug , um eine Analysewellenlänge mit einem erkennbaren Peak auszuwählen. Klicke auf das Häkchen, um die Analysewellenlänge zu akzeptieren und festzulegen. Notiere die Analysewellenlänge in dem Feld unter der Tabelle.
18. Beende die Datenaufzeichnung und navigiere dann zur Seite "Konzentration". 
19. Suche die Tabelle in der oberen linken Ecke der Seite "Konzentration". Ändere die Einheiten in der Spalte Konzentration von mol/L in mmol/L und füge die mM-Konzentrationswerte für die Lösungen A, B, C, D und E in die Tabelle ein.
20. Klicke auf die erste Zelle in der Spalte Absorption. Setze die Küvette mit Lösung A in das Spektrometer und beginne mit der Datenaufnahme. Markiere das Häkchen neben dem Absorptionswert, um ihn aufzuzeichnen.
21. Wiederhole den vorherigen Schritt, um die Absorptionswerte für die Lösungen B bis E aufzuzeichnen.
22. Setze die Küvette mit der Aspirinlösung in das Spektrometer.
23. Suche die Tabelle "Unbekannte Konzentration" in der linken unteren Ecke der Seite "Konzentration" und wähle das Kästchen "Absorption" aus. Aktiviere das Kontrollkästchen, um den Absorptionswert beizubehalten.
HINWEIS: Um deine berechnete Konzentration zu überprüfen, kehre nach Beendigung von Frage 1 zur Tabelle "Unbekannte Konzentration" zurück und gib den Wert an der angegebenen Stelle ein. Überprüfe deine Genauigkeit, indem du die Nähe deiner berechneten Konzentration zur Best-Fit-Linie notierst.
24. Beende die Datenaufzeichnung. Kopiere die Absorptionswerte für alle Lösungen in die Tabelle.
25. Skaliere die Daten im Diagramm  und wende eine lineare Näherung  an. Trage die Steigung (m), den y-Achsenabschnitt (b) und den Wert für die Anpassungsgüte (r) in das Feld unter der Tabelle ein. Kommentiere, ob deine Ergebnisse durch die Linearität der Daten beeinflusst werden, indem du den r-Wert nahe bei 1 ansetzt, und ob deine Daten auf eine direkte Beziehung hindeuten, indem du die beste Anpassungslinie nahe am Ursprung ansetzt.
26. Skizziere das Diagramm im Graphen. Gib eine Überschrift an und beschrifte beide Achsen, gegebenenfalls mit Einheiten. Zeige die Linie der linearen Näherung.

5. Daten sammeln

Rohdaten der Messungen

Lösung	Ansatzmenge (ml)	Konzentration (M)	Konzentration (mM)	Absorption
A	2,0			
B	4,0			
C	6,0			
D	8,0			
E	10,0			
Tablette	N/A	N/A		

Berechnung der Konzentrationen ($M_1V_1 = M_2V_2$):

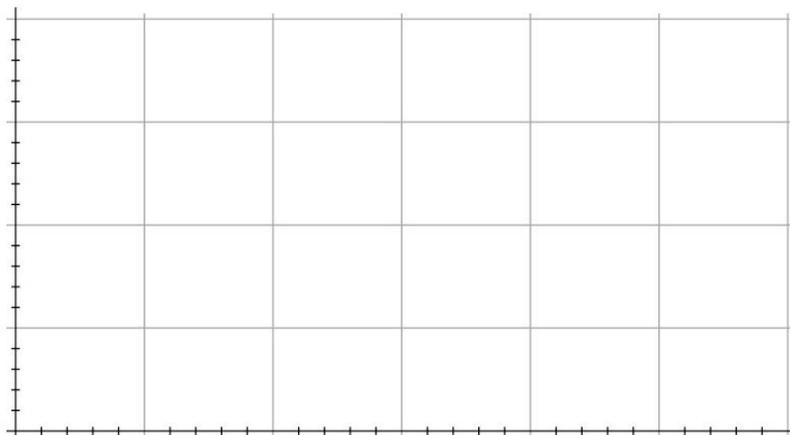
Masse der Aspirin Tablette:

Wellenlänge für die Analyse:

Werte der linearen Näherung:

6. Datenanalyse

Trage alle Messwerte in den Graphen ein und beschrifte die Achsen.



7. Fragen zur Analyse

1. Setze den Absorptionswert der Aspirinprobe (y) und die linearen Anpassungsparameter in die Geradengleichung $y = mx + b$ ein, um die Konzentration von ASS in der verdünnten Aspirinlösung (x) in mmol/L oder mM zu bestimmen. Trage die Werte in die Tabelle ein.
2. Berechne die Konzentration von ASS in der ursprünglichen Aspirinlösung in mM. Belege die Berechnung.
3. Berechne die ASS-Konzentration in der ursprünglichen Lösung in Gramm ASS in Lösung um. Das Molekulargewicht von ASS beträgt 180,16 g/mol. Zeige deine Rechenschritte.
4. Wie viel Prozent der Masse des Aspirintablettenpulvers, das der ersten Aspirinlösung hinzugefügt wurde, war ASS?
5. Wie viel Gramm ASS waren in der Aspirintablette enthalten, wenn man den zuvor berechneten Prozentsatz zugrunde legt? Wie verhält sich diese Masse an ASS im Vergleich zu dem beworbenen Gehalt von 325 mg ASS? Entspricht der ASS-Gehalt der Norm von $\pm 10\%$?