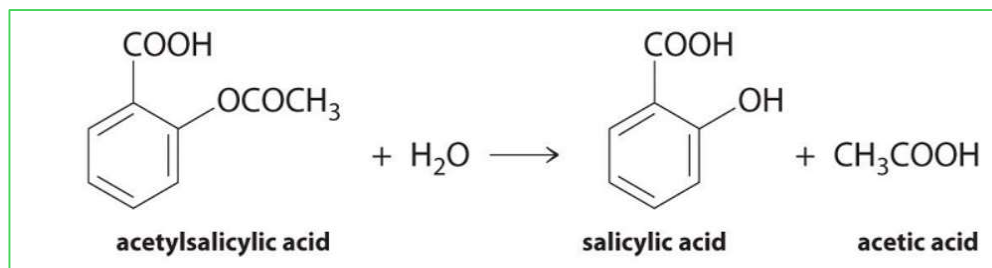


Εργαστηριακή άσκηση χημικής κινητικής
«Κινητική μελέτη της υδρόλυσης της ασπιρίνης σε αλκαλικό περιβάλλον»
στα πλαίσια του μαθήματος Χημική κινητικής

Ανθή Πανάρα
Χημικός, MSc, PhD



1. Οργανολογικός εξοπλισμός

- Φωτομέτρο διπλής δέσμης. Επιλεγόμενο μήκος κύματος: 310 nm
- Κυψελίδες χαλαζία οπτικής διαδρομής 1 cm
- Θερμοστατούμενο υδρόλουτρο
- Πεχάμετρο
- Μαγνητικός αναδευτήρας
- Vortex
- Ζυγός 4 δεκαδικών ψηφίων
- Λουτρό υπερήχων

2. Παρασκευή διαλυμάτων

Ρυθμιστικό διάλυμα φωσφορικού οξέος Na₂HPO₄ 0.067 mol/L (pH=7.4)

- Ζύγιση 2.98 g σε ποτήρι ζέσεως των 250 mL και προσθήκη 200 mL H₂O.
- Διαλυτοποίηση με βοήθεια μαγνητικού αναδευτήρα.
- Ρύθμιση του pH με αραιό διάλυμα φωσφορικού οξέος.
- Μεταφορά σε ογκομετρική φιάλη των 250 mL.
- Αραίωση με την προσθήκη νερού μέχρι τη χαραγή και ανάδευση.

Διάλυμα παρακαταθήκης σαλικυλικού οξέος

- Ζύγιση 40 mg salicylic acid (SA) σε ογκομετρική φιάλη των 20 mL και αραίωση με την προσθήκη H₂O. Χρήση λουτρού υπερήχων έως την πλήρη διαλυτοποίησή του.

Παρασκευή ενδιάμεσων διαλυμάτων συγκεντρώσεων για την κατασκευή καμπύλης βαθμονόμησης.

- Παρασκευή ενδιάμεσων διαλυμάτων εργασίας (100 -200 -300 -500 -600- 900-1500 mg/L) πραγματοποιώντας κατάλληλες αραιώσεις σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα.

Διάλυμα παρακαταθήκης	Ενδιάμεσα διαλύματα εργασίας	Όγκος δ/λτος παρακαταθήκης που θα ληφθεί για την παρασκευή του ενδιάμεσου διαλύματος	Όγκος H ₂ O που θα ληφθεί για την παρασκευή του ενδιάμεσου διαλύματος	Τελικός όγκος ενδιάμεσου διαλύματος
C1 (ng/μL)	C2 (ng/μL)	V1 (μL)	μL	μL
2000	100	25	475	500
2000	200	50	450	500
2000	300	75	425	500
2000	500	125	375	500
2000	600	150	350	500
2000	900	225	275	500
2000	1500	375	125	500

Για τη μέτρηση στο φωτόμετρο πραγματοποιείται μια σειρά αραιώσεων των παραπάνω διαλυμάτων όπως φαίνεται στον ακόλουθο πίνακα.

Ενδιάμεσα διαλύματα	Διάλυμα προς μέτρηση	Όγκος ενδιάμεσου διαλύματος	Όγκος H ₂ O
C1 (ng/μL)	C2 (ng/μL)	V1 (μL)	
100	6.7	333.3	αραίωση σε ογκομετρικές φιάλες των 5 mL
200	13.3	333.3	
300	20.0	333.3	
500	33.3	333.3	
600	40.0	333.3	
900	60.0	333.3	
1500	100.0	333.3	

3. Μέτρηση διαλυμάτων στο UV-Κατασκευή καμπύλη βαθμονόμησης







- Προσδιορισμός της απορρόφησης πρότυπων του σαλικυλικού οξέος στα 310 nm χρησιμοποιώντας κυψελίδες καθαρότητας UV.
- Χρησιμοποίηση νερού ως λευκού δείγματος.
- Αυτοzero για το μηδενισμό του σήματος υπόβαθρου.
- Μέτρηση των διαλυμάτων εργασίας από το αραιότερο προς το πυκνότερο διάλυμα εργασίας.
- Καταγραφή των απορροφήσεων που λαμβάνονται και κατασκευή καμπύλης βαθμονόμησης (διάγραμμα απορρόφησης ως συνάρτηση της συγκέντρωσης).

Άσκηση 1. Να ληφθούν οι απορροφήσεις για το κάθε διάλυμα εργασίας. Να κατασκευαστεί το διάγραμμα απορρόφησης UV-vis του σαλικυλικού οξέος ως συνάρτηση της συγκέντρωσης. Να βρεθεί η κλίση της καμπύλης παλινδρόμησης, η τομή και το R^2 . Να αξιολογηθεί η γραμμικότητα της καμπύλης.

Συγκέντρωση (mg/L)	Απορρόφηση
6.7	
13.3	
20.0	
33.3	
40.0	
60.0	
100.0	

4. Κινητική μελέτη της υδρόλυσης της ασπιρίνης

Προετοιμασία δείγματος

- Ζύγιση 40 mg ακετυλοσαλικυλικού οξέος (ασπιρίνης) σε ογκομετρική φιάλη των 20 mL.
- Προσθήκη 40 mL αιθανόλης (EtOH) για τη διαλυτοποίηση της ασπιρίνης.
- Αραίωση ως τη χαραγή με την προσθήκη ρυθμιστικού διαλύματος φωσφορικού (pH 7.4) και καλή ανάδευση του διαλύματος.
- Λήψη aliquots του 1.5 mL σε erpendorfs και τοποθέτηση τους στο υδατόλουτρο για διαφορετικά χρονικά σημεία
 -  $t_0 \rightarrow 0$ min (χρόνος παραμονής στο υδρόλουτρο)
 -  $t_{15} \rightarrow 15$ min (χρόνος παραμονής στο υδρόλουτρο)
 -  $t_{30} \rightarrow 30$ min (χρόνος παραμονής στο υδρόλουτρο) *
 -  $t_{45} \rightarrow 45$ min (χρόνος παραμονής στο υδρόλουτρο)
 -  $t_{60} \rightarrow 60$ min (χρόνος παραμονής στο υδρόλουτρο)
 -  $t_{75} \rightarrow 45$ min (χρόνος παραμονής στο υδρόλουτρο)

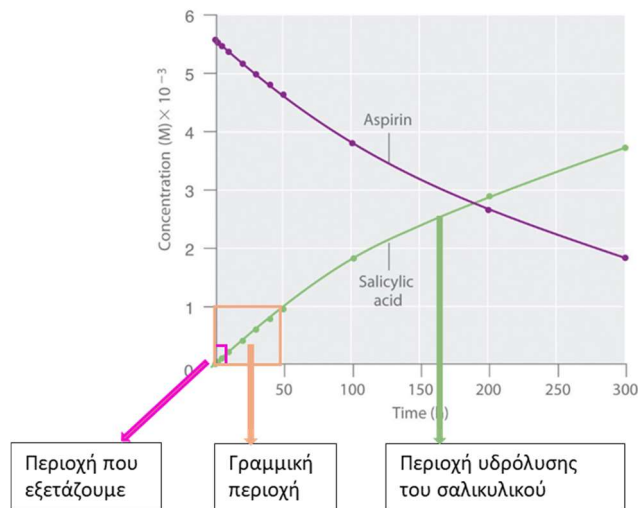
*για $t=30$ θα πραγματοποιηθούν 6 επαναλήψεις για την εύρεση της επαναληψιμότητας της μεθόδου.

- Σε φυγοκεντρικό σωλήνα των 15 mL προστίθενται 14 mL H_2O και 1mL του διαλύματος που έχει θερμοστατηθεί με το πέρας του αντίστοιχου χρόνου θερμοστάτησης.
- Καλή ανάδευση του διαλύματος.
- Μεταφορά στην κυψελίδα μέτρησης.
- Μέτρηση στο φωτόμετρο στα 310 nm

Άσκηση 3. Να ληφθούν οι απορροφήσεις για τις 6 επαναλήψεις του χρονικού σημείου t30. Να υπολογιστεί η μέση συγκέντρωση SA η τυπική απόκλισης (SD) και η % σχετική τυπική απόκλιση (%RSD).

Χρονικά σημεία	Απορρόφηση	Μέση Συγκέντρωση SA	Τυπική απόκλιση SD	% Σχετική τυπική απόκλιση (%RSD)
30 (1)				
30 (2)				
30 (3)				
30 (4)				
30 (5)				
30 (6)				

Σχολιασμός συζήτηση:



- Στο παραπάνω διάγραμμα (πλαίσιο ροζ χρώματος) βλέπουμε το χρονικό διάστημα που διαρκεί το πείραμα μας.
- Το κομμάτι της καμπύλης που είναι γραμμικό, εκτείνεται σχεδόν έως τις 50 ώρες (πλαίσιο πορτοκαλί χρώματος)
- Συνεπώς, τα αποτελέσματα που λαμβάνονται από το συγκεκριμένο πείραμα προσαρμόζονται στο γραμμικό μοντέλο που είναι συμβατό με κινητική αντίδραση **μηδενικής τάξης**.
- Ωστόσο, η συνολική περιοχή υδρόλυσης, όπου μπορούν να ληφθούν συμπεράσματα για την τάξη της αντίδρασης οποία εκτείνεται ως τις 300 ώρες. Η κινητική της αντίδρασης για όλο το διάστημα της υδρόλυσης είναι **πρώτης τάξης**.
- Η ανίχνευση της καμπύλωσης παρατηρείται μετά από 100 ώρες.
- Ένας πρακτικός κανόνας που ακολουθούμε για να προσδιορίσουμε το χρόνο διεξαγωγής του πειράματος, ώστε να εξάγουμε ασφαλή συμπεράσματα για την κινητική της αντίδρασης είναι ο εξής: Υπολογίζουμε το χρόνο που χρειάζεται για να μειωθεί η συγκέντρωση του αντιδρώντος στο 50% της αρχικής και συνεχίζουμε το πείραμα για ίση χρονική διάρκεια.
- Παρατηρείται ότι η υδρόλυση του ακετυλοσαλικυλικού οξέος δεν είναι πλήρης ούτε μετά από 300 ώρες (ανέρχεται περίπου στο 36%)
- Βιβλιογραφικά η κινητική της υδρόλυσης της ασπιρίνης είναι αντικείμενο συνεχούς έρευνα καθώς πληθώρα δημοσιεύσεων εμφανίζονται στη διεθνή βιβλιογραφία ακόμα και σήμερα.