

# Analisi Chimica

## Relazione

### Titolo

Determinazione del titolo di acido acetilsalicilico in una compressa di Aspirina commerciale

### Obiettivo

Effettuare l'analisi volumetrica e potenziometrica di una compressa di Aspirina per determinarne il contenuto in acido acetilsalicilico.

### Reagenti, Materiali, Attrezzature

<b>Strumenti di misura:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Bilancia tecnica (s=1mg)</li><li>• 2 Burette (P=50ml, s=0,1ml)</li><li>• Matraccio da 250ml</li><li>• Potenzimetro: elettrodo a vetro combinato (pHmetro)</li></ul>
<b>Vetreria:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 2 Beute da 250ml</li><li>• Becker da 100ml</li><li>• Becker da 250ml</li><li>• Mortaio con pestello</li></ul>
<b>Materiale di consumo:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Campione (1 pastiglia Aspirina non effervescente<sup>i</sup>)</li><li>• Sol. Standard <math>NaOH</math> 1M</li><li>• Sol. Standard <math>HCl</math> 0,1M</li><li>• Fenoftaleina</li></ul>
<b>Altro:</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Sostegni e pinze</li><li>• Agitatore magnetico</li></ul>

### Procedimento

#### *Preparazione del campione*

Una compressa di Aspirina viene posta in un pestello e viene tritata minuziosamente fino ad ottenere una polvere impalpabile. Lavorando su bilancia tecnica si trasferisce la polvere ottenuta in un becker da 250ml: impostando la tara prima di rovesciare la polvere si ottiene il peso della sostanza immessa nel becker, il quale viene annotato per i successivi calcoli. Alla polvere nel becker si aggiungono circa 50ml di acqua per diluire, quindi 25ml di soluzione standard di  $NaOH$  1M. Si scalda a fuoco moderato senza far bollire per 10' quindi si raffredda sotto bagno d'acqua. Si trasferisce la soluzione ottenuta in un matraccio da 250ml e si porta a volume con acqua distillata.

#### *Analisi potenziometrica*

Si prelevano con una buretta 25ml di soluzione dal matraccio preparato precedentemente e si pongono in un becker da 250ml aggiungendo acqua sufficiente a bagnare tutta la parte sensibile dell'elettrodo a vetro. Si pone il becker sull'agitatore magnetico e si inserisce l'elettrodo. Si legge il valore di pH della soluzione e lo si annota. La titolazione avviene con  $HCl$  0,1N: si eseguono aggiunte note di titolante e dopo ogni aggiunta si legge il valore del pH della soluzione. Trattandosi di una titolazione acido forte - base forte il pH di viraggio è al valore 7. I dati raccolti vengono inseriti in un foglio elettronico e si procede con i calcoli

#### *Analisi volumetrica*

Si prelevano con una buretta 25ml di soluzione dal matraccio preparato precedentemente e si pongono in una beuta da 250ml o in un becker.

<sup>i</sup> È consigliabile utilizzare l'Aspirina normale in compresse deglutibili perché quella effervescente contiene un eccesso di acido citrico che potrebbe falsare il risultato dell'analisi.

Si titola direttamente utilizzando  $HCl$  0,1N come titolante e come indicatore la fenoftaleina che passa da rosa-fucsia in ambiente basico ad incolore in ambiente acido. In questa analisi vengono effettuate almeno tre prove con tre campioni diversi per verificare il risultato.

## Dati Sperimentali

Titolazione Volumetrica	1	2	3
25ml campione	/	19,7ml	19,6ml

Titolazione Potenzimetrica

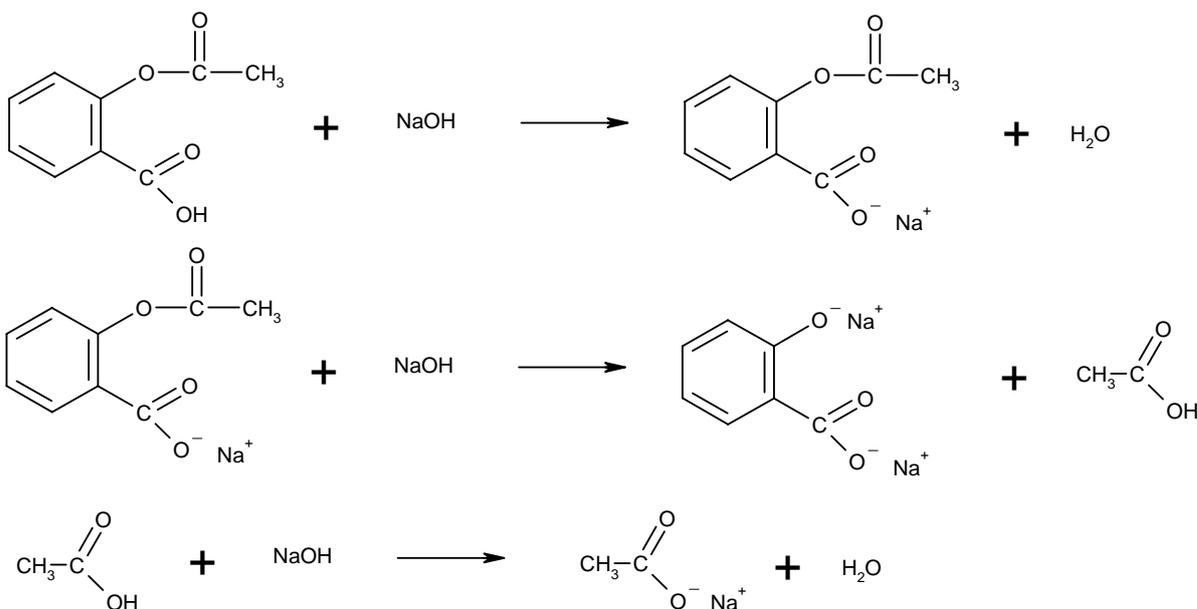
Pagine 3-4

Campione iniziale

0,530g polvere

## Elaborazione Dati

### Reazioni



Da qui si deduce che una mole di AAS reagisce con 3 moli di NaOH.

### Analisi volumetrica

$$moli_{HCl\ sgocc} = M_{HCl} \cdot V_{HCl} = moli_{NaOH\ ecc} = 0,1 \frac{mol}{L} \cdot 0,01965 L = 1,965 \cdot 10^{-3} mol$$

$$25 ml : 250 ml = 1,965 \cdot 10^{-3} mol : x \quad x = \frac{250 ml \cdot 1,965 \cdot 10^{-3}}{25 ml} = 1,965 \cdot 10^{-2} mol$$

$$moli_{NaOH\ AAC} = moli_{NaOH\ iniz} - moli_{NaOH\ ecc} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} - moli_{NaOH\ ecc} =$$

$$= 1 \frac{mol}{L} \cdot 0,025 L - 1,965 \cdot 10^{-2} mol = 5,35 \cdot 10^{-3} mol$$

$$Rapporto\ reazione\ 1 : 3 = x : moli_{NaOH\ AAC} \quad x = \frac{5,35 \cdot 10^{-3} mol \cdot 1}{3} = 1,783 \cdot 10^{-3} mol$$

$$g_{AAS} = moli_{AAS} \cdot MM_{AAS} = 1,783 \cdot 10^{-3} mol \cdot 180,16 \frac{g}{mol} = 0,321 g$$

$$Contenuto_{\%} = \frac{g_{ottenuti}}{g_{totali}} \cdot 100\% = \frac{0,321 g}{0,530 g} \cdot 100\% = 60,61\%$$

**Analisi potenziometrica**

Dai grafici si legge che il volume equivalente è 18,5ml.

$$moli_{HCl\ sgocc} = M_{HCl} \cdot V_{HCl} = moli_{NaOH\ ecc} = 0.1 \frac{mol}{L} \cdot 0.0185L = 1.85 \cdot 10^{-3} mol$$

$$25ml : 250ml = 1,965 \cdot 10^{-3} mol : x \quad x = \frac{250ml \cdot 1.85 \cdot 10^{-3}}{25ml} = 1.85 \cdot 10^{-2} mol$$

$$moli_{NaOH\ AAC} = moli_{NaOH\ iniz} - moli_{NaOH\ ecc} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} - moli_{NaOH\ ecc} =$$

$$= 1 \frac{mol}{L} \cdot 0,025L - 1,85 \cdot 10^{-2} mol = 6,5 \cdot 10^{-3} mol$$

$$Rapporto\ reazione\ 1 : 3 = x : moli_{NaOH\ AAC} \quad x = \frac{6,5 \cdot 10^{-3} mol \cdot 1}{3} = 2,16 \cdot 10^{-3} mol$$

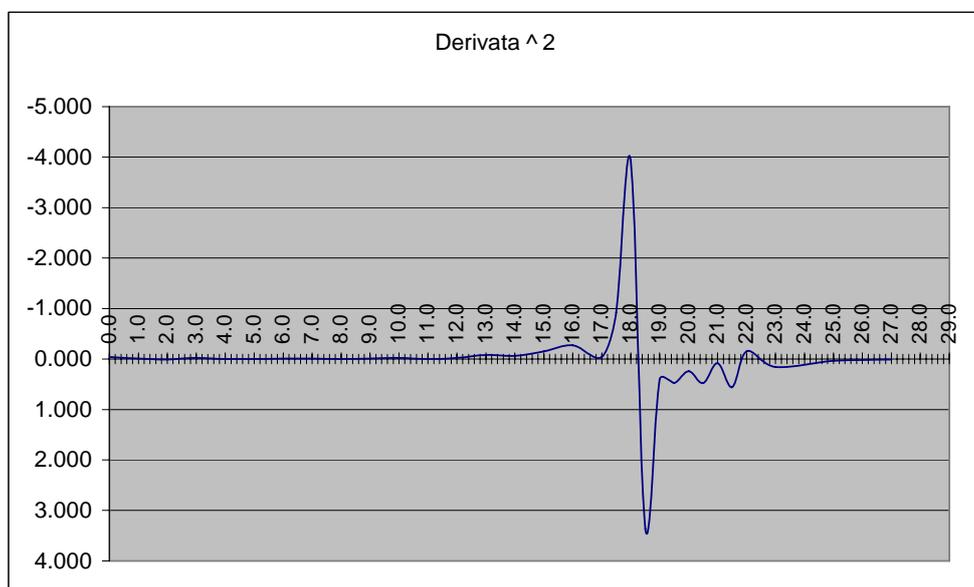
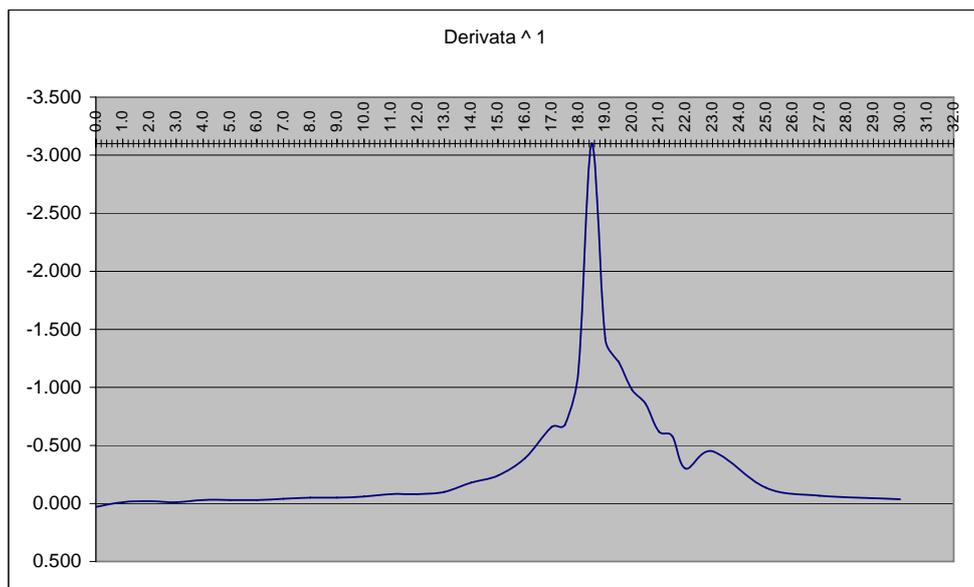
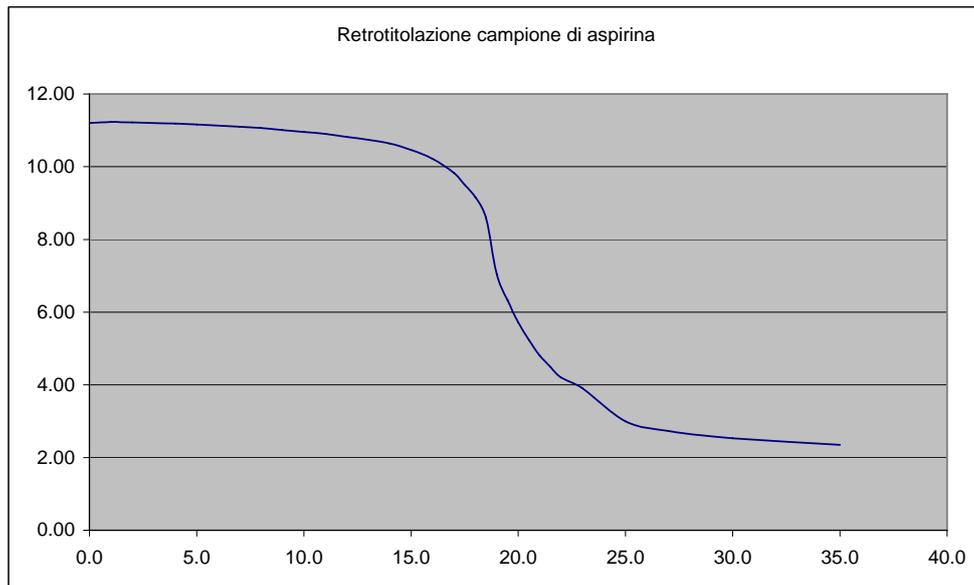
$$g_{AAS} = moli_{AAS} \cdot MM_{AAS} = 2,16 \cdot 10^{-3} mol \cdot 180,16 \frac{g}{mol} = 0,390g$$

$$Contenuto_{\%} = \frac{g_{ottenuti}}{g_{totali}} \cdot 100\% = \frac{0,390g}{0,530g} \cdot 100\% = 73,65\%$$

**Dati Sperimentali****Retrotitolazione campione di aspirina**

V (mL)	pH	$\Delta V$ (mL)	$\Delta pH$	D ^ 1	$\Delta D$ ^ 1	D ^ 2
0.0	11.20	1.0	0.03	0.030	-0.040	-0.040
1.0	11.23	1.0	-0.01	-0.010	-0.010	-0.010
2.0	11.22	1.0	-0.02	-0.020	0.010	0.010
3.0	11.20	1.0	-0.01	-0.010	-0.020	-0.020
4.0	11.19	1.0	-0.03	-0.030	0.000	0.000
5.0	11.16	1.0	-0.03	-0.030	0.000	0.000
6.0	11.13	1.0	-0.03	-0.030	-0.010	-0.010
7.0	11.10	1.0	-0.04	-0.040	-0.010	-0.010
8.0	11.06	1.0	-0.05	-0.050	0.000	0.000
9.0	11.01	1.0	-0.05	-0.050	-0.010	-0.010
10.0	10.96	1.0	-0.06	-0.060	-0.020	-0.020
11.0	10.90	1.0	-0.08	-0.080	0.000	0.000
12.0	10.82	1.0	-0.08	-0.080	-0.020	-0.020
13.0	10.74	1.0	-0.10	-0.100	-0.080	-0.080
14.0	10.64	1.0	-0.18	-0.180	-0.060	-0.060
15.0	10.46	1.0	-0.24	-0.240	-0.150	-0.150
16.0	10.22	1.0	-0.39	-0.390	-0.270	-0.270
17.0	9.83	0.5	-0.33	-0.660	-0.020	-0.040
17.5	9.50	0.5	-0.34	-0.680	-0.460	-0.920
18.0	9.16	0.5	-0.57	-1.140	-1.960	-3.920
18.5	8.59	0.5	-1.55	-3.100	1.680	3.360
19.0	7.04	0.5	-0.71	-1.420	0.200	0.400
19.5	6.33	0.5	-0.61	-1.220	0.240	0.480
20.0	5.72	0.5	-0.49	-0.980	0.120	0.240
20.5	5.23	0.5	-0.43	-0.860	0.240	0.480
21.0	4.80	0.5	-0.31	-0.620	0.040	0.080
21.5	4.49	0.5	-0.29	-0.580	0.280	0.560
22.0	4.20	1.0	-0.30	-0.300	-0.150	-0.150
23.0	3.90	2.0	-0.90	-0.450	0.315	0.158
25.0	3.00	2.0	-0.27	-0.135	0.068	0.034
27.0	2.73	3.0	-0.20	-0.067	0.031	0.010
30.0	2.53	5.0	-0.18	-0.036		
35.0	2.35					

## Elaborazione Dati



# Valutazione del rischio chimico

**Reattivo: Sodio idrossido da 5% a 50%**

**Classificazione di pericolosità: C Corrosivo**

**Valore di rischio = 15**

**Classificato come rischio moderato**

Frazi di rischio: 34

Indice di pericolosità intrinseca (P): 4.85

Vie di assorbimento: cutanea

Si tratta di una sostanza inorganica  
allo stato liquido

con T°ebollizione = 115 °C

T°operativa = 20 °C

presenta quindi media volatilità

Quantità utilizzata: meno di 0,1 kg

La disponibilità è medio/alta poiché D = 3

Tipo di utilizzo: uso controllato

Il livello di tipologia d'uso è alto poiché U = 3

Tipologia di controllo: ventilazione generale

Il livello di tipologia di controllo è alto poiché C = 3

Tempo di esposizione giornaliero: da 15 min a 2 ore

L'intensità esposizione è medio/alta poiché I = 7

Distanza degli esposti dalla sorgente: meno di 1 metro

Sub-indice d = 1

Indice di esposizione per via inalatoria = 7

Tipologia di contatto: contatto accidentale

Indice di esposizione per via cutanea: media poiché Ecute = 3

Rischio inalatorio = 34

Rischio cute = 15

Rischio cumulativo = 37

## **Norme generali protettive e di igiene del lavoro**

Lavarsi le mani prima dell'intervallo o a lavoro terminato.

Evitare il contatto con gli occhi e la pelle.

Consigliati guanti protettivi e occhiali a tenuta.