

PRÁCTICA 2

DETERMINACIÓN DE ÁCIDO ACETILSALICÍLICO EN COMPRIMIDOS MEDIANTE VOLUMETRÍA ÁCIDO-BASE

INTRODUCCIÓN

El ácido acetilsalicílico (AAS, $C_9H_8O_4$), que es el ácido orto aceto benzóico o el éter acético de ácido salicílico, es un compuesto químico sintético que se obtiene a partir del ácido salicílico (ácido o-hidroxibenzoico), obteniéndose este último originariamente de la corteza del sauce (*Salix*). Las estructuras químicas de ambos compuestos se muestran en la Figura 1.

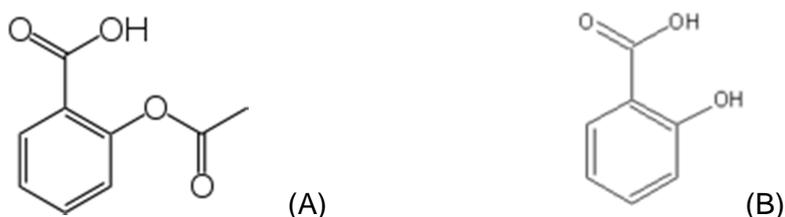


Figura 1. Fórmula del ácido acetilsalicílico (A) y del ácido salicílico (B)

El AAS se usa como antiinflamatorio, analgésico, para el alivio del dolor leve y moderado, como antipirético para reducir la fiebre y como antiagregante plaquetario indicado para personas con alto riesgo de coagulación sanguínea. Dado su poder germicida, también se usa en champú y aceites destinados a combatir enfermedades de la piel. Actualmente cerca del 60% de la producción mundial de AAS se usa en la preparación del fármaco Aspirina[®], usado como analgésico y antipirético.

En esta práctica se determinará el contenido de AAS mediante una volumetría ácido-base, empleando hidróxido sódico como reactivo valorante. El NaOH es una base fuerte ya que la reacción con el disolvente es suficientemente completa, de forma que no deja en la disolución acuosa moléculas no disociadas de soluto. Las disoluciones de NaOH se usan con mucha frecuencia en valoraciones ácido-base; sin embargo, dado que este reactivo no posee las propiedades requeridas para un estándar primario, la disolución ha de ser estandarizada de forma previa a su uso como reactivo valorante. Para ello se hace uso del estándar primario ftalato ácido de potasio, sustancia que pierde un protón para ser neutralizado con el reactivo valorante, según la reacción indicada en la Figura 2.

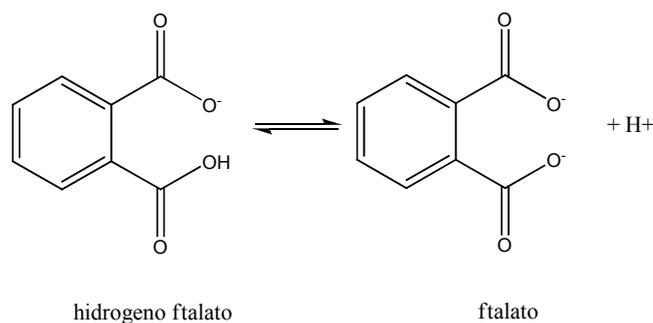


Figura 2. Reacción de desprotonación del anión biftalato

Para detectar el punto final de la valoración suele emplearse el indicador químico fenolftaleína. Este compuesto es un indicador ácido-base muy adecuado para la valoración que se va a llevar a cabo en la presente práctica (ácido débil – base fuerte) ya que su intervalo de viraje es 8,3-10. Cuando el pH del medio es inferior a 8,3 la fenolftaleína es incolora mientras que a pH superior a 10 toma color rosa, sufriendo la reacción mostrada en la Figura 3.

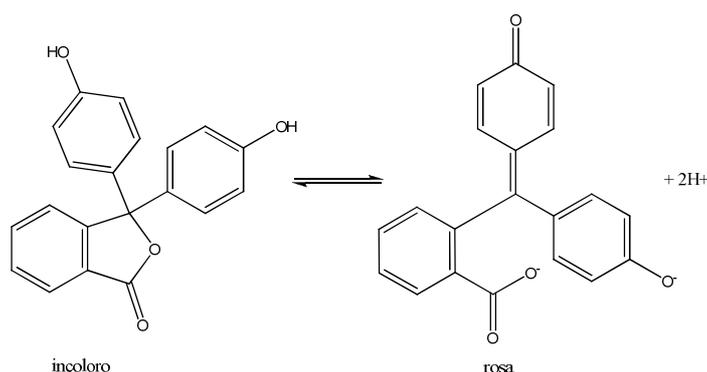


Figura 3. Reacción de desprotonación de la fenolftaleína

OBJETIVOS

- Aprender a estandarizar disoluciones de NaOH para su uso como reactivo valorante en volumetrías.
- Familiarizarse con los cálculos propios de las técnicas volumétricas.
- Aprender a determinar el contenido de ácido acetilsalicílico en un fármaco mediante una volumetría ácido-base con detección del punto final mediante indicador químico.
- Verificar que el contenido de AAS en el fármaco responde al valor promedio de los resultados alcanzados en el análisis.

REACTIVOS

Hidróxido sódico, ftalato ácido de potasio, fenolftaleína, etanol.

PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

- Disolución de NaOH 0,05 M. Calcule los gramos de hidróxido sódico que ha de pesar para preparar 0,25 L de una disolución 0,05 M. Esta cantidad no es necesario pesarla con precisión ya que se valorará posteriormente. Se puede utilizar el granatario para la pesada.
- Disolución de biftalato potásico 0,05 M. Calcule los gramos de biftalato potásico que han de pesarse para preparar 100 mL de una disolución 0,05 M. Esta cantidad es necesario pesarla con precisión y disolverla evitando pérdidas a volumen exacto, ya que es una concentración de referencia. Utilice la balanza analítica para la pesada.

Masa real, g	
Molaridad, M	

- Disolución de fenolftaleína. Disolver 0,05 g de fenolftaleína (pesados en granatario) en 50 mL de etanol. Posteriormente añadir 50 mL de agua destilada.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Estandarización de la disolución de NaOH

Se coloca la disolución de NaOH en la bureta evitando la presencia de burbujas de aire en su interior, especialmente en el tramo que va desde la llave hasta el orificio de salida. Ajuste el nivel a cero. Coloque en un vaso de precipitado 10 mL de disolución de hidrógeno ftalato de potasio, medidos con pipeta de doble enrase, añadir 3 gotas de indicador y comenzar a valorar con NaOH 0,05 M agitando con la varilla para conseguir una buena homogeneización de la mezcla sin que se produzcan salpicaduras al exterior. No retirar la varilla sin enjuagarla para evitar pérdidas de analito. Detener la valoración cuando aparezca una coloración rosa permanente durante unos 10 segundos. Anotar el volumen gastado y realizar los cálculos pertinentes para conocer la concentración exacta de la disolución de NaOH. Repita

este proceso tres veces. Los volúmenes de valorante gastado en cada una de las tres valoraciones no deben diferenciarse en más de 0,1 mL.

Valoración	Volumen de valorante gastado, mL
1	
2	
3	
Valor medio	

2. Preparación de la muestra

Pulverice el comprimido de Aspirina, disuélvalo en etanol y enrase finalmente la disolución hasta 100 mL en matraz aforado, también con etanol.

3. Determinación de AAS en el producto farmacéutico

Tome una alícuota de 20 mL de la disolución de la muestra (medida con pipeta de doble enrase) y transfírela a un vaso de precipitados, añadiendo seguidamente 3 gotas de fenolftaleína y valorándola con la disolución de hidróxido sódico 0,05 M previamente estandarizada. Lleve a cabo esta valoración por triplicado.

Valoración	Volumen de valorante gastado, mL
1	
2	
3	
Valor medio	

RESULTADOS

- 1) Promedie el volumen gastado en las tres valoraciones para la estandarización de la base.
- 2) Calcule la concentración exacta de la disolución de NaOH, expresando el resultado en concentración molar.
- 3) A partir de los datos obtenidos en la valoración de la muestra, calcule el contenido de ácido acetilsalicílico por comprimido.
- 4) Contraste si el valor hallado se encuentra en concordancia con el suministrado por el fabricante (500 mg).