



8. Oznaczanie kwasu salicylowego w preparatach kosmetycznych.

ALKACYMETRIA

Metody oznaczeń alkacymetrycznych oparte są na reakcjach kwas-zasada i dlatego nazywane są także metodami zobojętnienia. Titrantami w alkacymetrii są roztwory mocnych kwasów lub zasad. Alkacymetria obejmuje: —alkalimetrię, tj. oznaczenia kwasów za pomocą mianowanych roztworów zasad —acydymetrię, tj. oznaczenia zasad za pomocą mianowanych roztworów kwasów. Miareczkowanie alkacymetryczne stosowane jest powszechnie do oznaczania kwasów i zasad nieorganicznych i organicznych. Metodami tymi można oznaczyć również sole słabych kwasów i mocnych zasad – aniony tych soli są wg teorii Brönsteda zasadami oraz sole mocnych kwasów i słabych zasad, których kationy są kwasami. Koniec miareczkowania, czyli moment osiągnięcia PR, w którym ilość kwasu równoważy ilość zasady, określa się metodami wizualnymi przy użyciu wskaźników pH lub metodami instrumentalnymi (np. potencjometryczną, konduktometryczną).Wskaźnikami pH (indykatorami)są słabe kwasy lub zasady organiczne, których jony mają inne zabarwienie cząsteczki nie zdysocjowane. Dysocjację wskaźnika o charakterze kwasu lub zasady wyrażają równania:



gdzie HInd i IndOH oznaczają niezdisocjowaną, a Ind⁻ i Ind⁺ odpowiednio anion i kation wskaźnika.

W przypadku wskaźnika kwasowego wzrost stężenia jonów wodorowych przesuwają równowagę reakcji w lewą stronę, zwiększając stężenie HInd i na skutek tego roztwór przyjmuje barwę formy niezdisocjowanej. Natomiast zmniejszenie stężenia jonów wodorowych, spowodowane dodatkiem zasady przesuwają równowagę reakcji w prawo, powodując prawie całkowitą dysocjację cząsteczek HInd i powstanie barwy odpowiadającej formie zdysocjowanej.



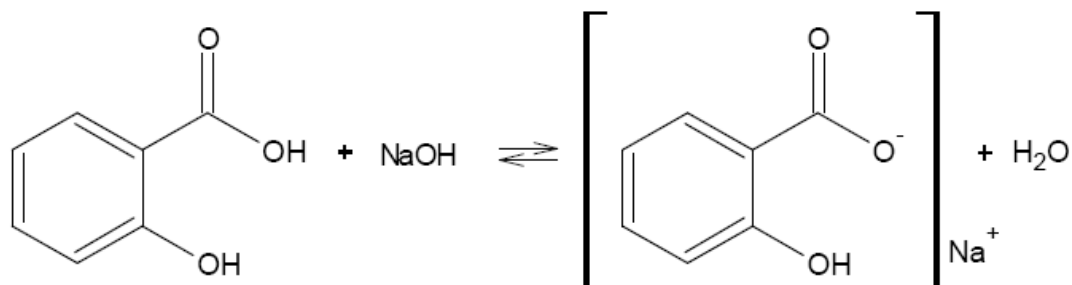
Przedział pH, w którym zachodzą widoczne zmiany barwy roztworu wskaźnika nazywa się zakresem wskaźnikowym. Dla większości wskaźników zakres widzialnej zmiany barwy leży w granicach 1,2–1,8 jednostek pH. Rozróżnia się wskaźniki jednobarwne, mające tylko jedną formę zabarwioną (druga jest bezbarwna) oraz dwu–lub wielobarwne, w których dwie lub więcej form ma zabarwienie. Wskaźniki pH stosuje się same lub czasem w mieszaninie ze wskaźnikiem obojętnym, na którego tle zmiana zabarwienia wskaźnika pH jest wyraźniejsza. W tabeli podano zakresy zmiany barwy niektórych częściej używanych wskaźników.

Wskaźnik	Zakres zmiany pH(X-Y)	pKln	Zabarwienie w roztworze		
			pH≤X	Y≤pH≤X	pH≥Y
Błękit tymolowy	1,2–2,8	1,7	czerwone	pomarańczowe	żółte
	8,0–9,6	8,9	żółte	zielone	niebieskie
Oranż metylowy	3,1–4,4	3,4	czerwone	pomarańczowe	żółte
Czerwień metylowa	4,2–6,3	5,0	czerwone	pomarańczowe	żółte
Lakmus	5,0–8,0	6,5	czerwone	różowo- fioletowe	niebieskie
Błękit bromotymolowy	6,2–7,6	7,1	żółte	zielone	niebieskie
Czerwień fenolowa	6,8–8,4	7,9	żółte	pomarańczowe	czerwone
Fenoloftaleina	8,1–10,0	9,4	bezbarwna	różowe	czerwone



Opis ćwiczenia:

Zawartość kwasu salicylowego oznacza się metodą alkacymetryczną w zobojętnionym rozpuszczalniku. Oznaczenie polega na reakcji ugrupowania karboksylowego z wodorotlenkiem sodu.



Pierwszym etapem oznaczenia jest przygotowanie zobojętnionego rozpuszczalnika a następnie miareczkowaniu wodorotlenkiem sodu do odbarwienia wskaźnika.

Sprzęt:

Kolba miarowa 250cm³

Biureta

3 kolby stożkowe

Odczynniki:

- wodorotlenek sodu C = 0.1 M

- fenoloftaleina

- kwas salicylowy



Wykonanie oznaczenia:

Do kolby miarowej o pojemności 250 cm^3 wprowadzić około $20,7\text{g}$ odważonego spirytusu salicylowego i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Z kolby pobrać trzy próbki po 50 cm^3 i każdą miareczkować roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu $0,1\text{ mol} \cdot \text{dm}^3$ wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika (kilkę kropel)

Napisać w formie cząsteczkowej równanie reakcji zachodzącej podczas procesu miareczkowania (wodorotlenku z kwasem). Zastosuj wzory podstrukturalne (grupowe) lub uproszczone związków organicznych.

Obliczyć, w procentach masowych, zawartość kwasu salicylowego w spiry图斯ie salicylowym na podstawie przytoczonych wyników miareczkowania.

Literatura:

„Chemiczne metody analizy środków leczniczych”, D. Rajzer