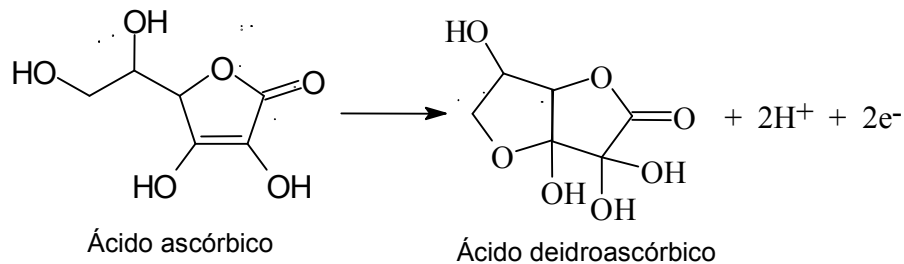
 <p>Escola Técnica Estadual <b>TIQUATIRA</b></p>	<p><b>Componente Curricular:</b> Tecnologia dos Processos industriais</p> <p><b>Prof. Barbosa</b> 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências</b> Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
---	---	---

### Análise da vitamina C

A análise de ácido ascórbico normalmente é realizada através de reação com um agente oxidante, a qual deve ser realizada o mais rapidamente possível, visto que o ácido é facilmente oxidado pelo próprio oxigênio do ar, formando ácido dihidroascórbico.

A semi-reação de oxidação do ácido ascórbico é a seguinte



Existem vários agentes oxidantes que podem ser empregados na determinação de vitamina C, sendo que um dos mais simples é o iodo. O iodo é um agente oxidante moderado capaz de oxidar quantitativamente apenas substância fortemente redutora.

A análise volumétrica na qual o iodo é empregado como titulante chama-se iodimetria ou titulação iodométrica direta.

A semi-reação de redução do iodo é a seguinte:




No entanto, a titulação empregando solução de iodo como titulante apresenta algumas dificuldades: perda de iodo por volatilização, necessidade de padronização da solução e realização da análise o mais rapidamente possível. Uma alternativa é adicionar excesso de íons iodeto à solução de iodo. Forma-se o triiodeto,



que também é um agente oxidante semelhante ao iodo:



 <p>Escola Técnica Estadual <b>TIQUATIRA</b></p>	<p><b>Componente Curricular:</b> <b>Tecnologia dos Processos industriais</b></p> <p><b>Prof. Barbosa</b> 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências</b> Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
--	--	---

Portanto, usando-se como titulante uma solução padrão de iodo contendo excesso de iodeto, a perda de iodo por volatilização decresce apreciavelmente, principalmente se a análise for realizada sob refrigeração, sendo que, o erro devido a alteração do título da solução padrão é tolerável.

Preparação da solução 0,1N de Tiosulfato de sódio:

Procedimento:

Utiliza-se o sal penta hidratado para a produção da solução de tiosulfato de sódio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O). Dissolvem-se 24,9g de tiosulfato hidratado e puro e 0,2g de Carbonato de sódio anidro (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> é utilizado para evitar precipitação do enxofre) em 1 litro de água previamente fervida, deixa-se decantar por 24h e padroniza-se.

Padronização:

Adicionam-se 100mL de água em 25mL de solução padrão de KMnO<sub>4</sub> 0,1N e mistura-se com solução de iodeto de potássio (2g de KI dissolvidos completamente em 30mL de água e 100mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 20%).

Goteja-se a solução de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a ser padronizada na solução de KMnO<sub>4</sub> padrão, adiciona-se 1mL da solução de amido 1% e titula-se até desaparecer a cor azul.



Esta operação devera ser feita em local escuro e em temperatura de solução menor do que 30°C.

$$[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] = \frac{(\text{VKMnO}_4) \cdot (\text{MKMnO}_4) \cdot 5 \cdot 2}{2 \cdot (\text{VNa}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$$


Preparação da solução 0,03M de iodo – I<sub>2</sub>

Procedimento:

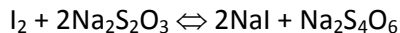
Pesam-se aproximadamente 1,9g de iodo puro em um vidro de relógio e transfere-se para um béquer de 250mL contendo 5g de iodeto de potássio dissolvido em 25mL de água. Agita-se cuidadosamente para dissolver todo o iodo. Se necessário, pode-se colocar mais um pouco de água. Transfere-se todo o conteúdo do béquer para um balão volumétrico de 250mL, completa-se até a marca com água deionizada e homogeneiza-se. Após, transfere-se todo o conteúdo do balão para frasco âmbar de 500mL.

Padronização:

A padronização pode ser feita titulando-se 25mL de solução padrão de Tiosulfato de sódio 0,1mol/L contra a solução 0,03mol/L de iodo. Os 25mL de tiosulfato são transferidos com o auxílio de uma pipeta volumétrica para um erlenmeyer de 125mL. Adiciona-se 1mL de

	<p align="center"><b>Componente Curricular:</b> Tecnologia dos Processos industriais</p> <p align="center"><b>Prof. Barbosa</b> 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências</b> Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
--	---	---

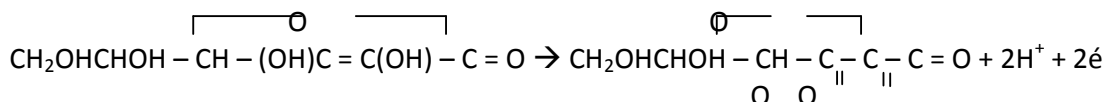
solução de amido 1% ao erlenmeyer como indicador e titula-se até o aparecimento da cor azul.



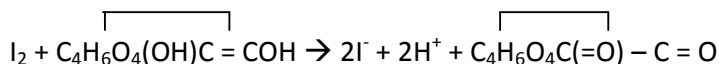
$$[I_2] = \frac{(MNa_2S_2O_3) \cdot (VNa_2S_2O_3)}{2 \cdot (V_{I_2})}$$

### **Análise de comprimidos de Vitamina C pelo método iodimétrico**

A vitamina C (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>), ou ácido ascórbico (com massa molar igual a 176,13g/mol) é facilmente oxidado ao ácido dehidroascórbico, como visto anteriormente:



O iodo por ser um oxidante de poder moderado, como já discutimos, oxida o ácido ascórbico somente até o ácido dehidroascórbico. A reação básica envolvida na reação é:




Lembrar que a vitamina C é rapidamente oxidada pelo próprio oxigênio dissolvido na solução. Assim, as amostras devem ser analisadas o mais rápido possível depois de dissolvidas.

O frasco de titulação deve ser fechado com papel alumínio durante a titulação para evitar a absorção de oxigênio adicional do ar. A pequena oxidação causada pelo oxigênio já dissolvido na solução não é significativa, mas a gitação contínua em um erlenmeyer aberto pode absorver uma quantidade suficiente de oxigênio para causar um erro significativo na determinação.

### **Procedimento:**

Prepara-se e pedroniza-se um solução de iodo 0,03mol/L. Usa-se como amostra ¼ de comprimido de vitamina C (Vitasay, Cetiva, Cebion, Cenevit,...) de maneira a se obter uma amostra com aproximadamente 0,8g. Pesa-se então a amostra, evitando contato manual, por diferença se possível e transfere-se para um balão volumétrico de 100mL previamente lavado. Desde que a solução de iodo 0,03M titulante esteja pronta, então dissolva o comprimido no balão, adicionando aproximadamente 50mL de água, fechando o frasco e agitando até que o material se dissolva. Pode haver uma pequena quantidade de aglutinante que não irá dissolver, mas isso não causará erros.

A seguir, completa-se o volume do balão até a marca, com água deionizada. Coloca-se a solução de iodo 0,03mol/L na bureta.

 <p>Escola Técnica Estadual <b>TIQUATIRA</b></p>	<p><b>Componente Curricular:</b> <b>Tecnologia dos Processos industriais</b></p> <p><b>Prof. Barbosa</b> 4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências</b> Selecionar e analisar métodos físico-químicos de análise de matéria prima e produtos acabados. Selecionar e utilizar métodos e técnicas de gerenciamento de laboratórios do setor químico. Realizar análises de custo e perda.</p>
--	--	---

Pipetam-se exatamente 10mL de solução de vitamina C e transfere-se para um erlenmeyer de 125mL. Adicionam-se 5mL de solução de indicador de amido. Cobre-se a “boca” do erlenmeyer com papel alumínio ou cartolina, tendo uma pequena abertura para inserir a ponta da bureta e titula-se rapidamente até o aparecimento da cor azul. Faz-se em triplicata pelo menos, mas não se transfere a amostra seguinte para o erlenmeyer até que a anterior tenha sido titulada.

Calcula-se a porcentagem de ácido ascórbico na amostra e também a quantidade (mg) de vitamina C em cada comprimido:

$$\% \text{Ácido ascórbico} = \frac{V_{I_2} \cdot (M_{I_2}) \cdot 176,13 \cdot 10}{1000 \cdot (m_{\text{comprimido}})} \times 100$$

Onde:

$V_{I_2}$  é o volume de solução de iodo gasto, em mL.

$M_{I_2}$  é a concentração molar da solução de iodo.

$m_{\text{comprimido}}$  é a massa de comprimido da amostra.