

# Determinação espectrofotométrica de ácido ascórbico empregando MnO<sub>2</sub>(s) em sistema de análises em fluxo

Milton K. Sasaki\* (PG), Elias A.G. Zagatto (PQ). \*mksasaki@cena.usp.br

Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo. Av. Centenário 303, Piracicaba (SP).

Palavras Chave: reagente sólido, análises em fluxo, ácido ascórbico.

## Introdução

Reagentes sólidos são empregados em sistemas de análises em fluxo para facilitar o uso de espécies químicas pouco solúveis, evitar o armazenamento de soluções instáveis e reduzir o consumo de reagente. São geralmente empacotados em minicolumnas e, podem provocar caminhos preferenciais, alta pressão hidrodinâmica, efeitos de contração / expansão e inacessibilidade a sítios ativos.<sup>1</sup>

Visando minimizar estas desvantagens, o reagente sólido pode ser impregnado na parede interna do reator tubular.<sup>2</sup> A estratégia de imobilização requer altas temperaturas (ca. 350 °C), e pode resultar em incorporações heterogêneas das partículas.

O sistema proposto para a determinação de ácido ascórbico (AA) em formulações farmacêuticas baseia-se na reação entre formaldoxima e íons Mn<sup>2+</sup>, liberados do reator revestido com MnO<sub>2</sub>(s), os quais são proporcionais à concentração do analito.

aquecendo-se este (3h, 80 °C), formando-se assim, uma película de MnO<sub>2</sub>(s) no interior do tubo.<sup>3</sup>

Sistema MPFA análogo foi empregado para verificar diferenças advindas da utilização de fluxo pulsado de bombas solenóide, ao invés de fluxo constante (Tab. 1). Os dispositivos foram acionados via software escrito em LabVIEW®.

Tabela 1. Figuras de mérito. 20,0 - 100,0 mg L<sup>-1</sup> AA

	MCFA	MPFA
equação (n = 5)	A=-0,166+0,0114C (r = 0,9989)	A=-0,196+0,0117 C (r = 0,9985)
LOD (mg L <sup>-1</sup> ; 3,3 σ)	0,60	0,33
CV (%; n = 20)	5,62	2,50

Consumiram-se 2,8 mg de formaldoxima por determinação, numa frequência analítica de 60 h<sup>-1</sup>. Analisando-se formulações farmacêuticas (Tab. 2), comprovou-se a exatidão analítica:

$$t_{\text{calculado}} = 0,143 < t_{\text{tabelado}} = 2,306 \text{ (95\% confiança).}$$

## Resultados e Discussão

Utilizando sistema MCFA (Fig. 1), otimizaram-se os principais parâmetros envolvidos, tais como volumes de amostra, reagente e solução-tampão; comprimentos de bobina e reator com reagente sólido; concentrações do reagente, solução-tampão e fluxo transportador; pH do ambiente reacional.

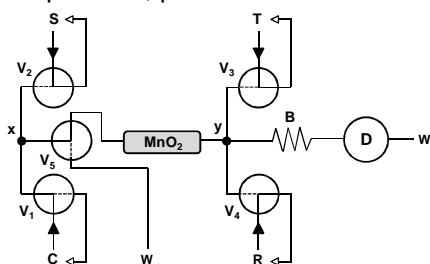


Figura 1. Diagrama de fluxos do sistema MCFA. S = amostra; C = 0,01 mol L<sup>-1</sup> HNO<sub>3</sub>; R = 0,25 mol L<sup>-1</sup> formaldoxima; T = 1,0 mol L<sup>-1</sup> Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (pH 10,5); W = descarte; MnO<sub>2</sub> = reator com reagente sólido; x, y = confluências; B = bobina reacional; V<sub>i</sub> = válvula 3-vias (linha tracejada = caminho alternativo); D = detector (455 nm); setas preenchidas = atuação da bomba peristáltica; setas vazias = reciclagem.

O reator MnO<sub>2</sub> foi obtido inserindo-se solução ácida de KMnO<sub>4</sub> em tubo de polietileno, e

Tabela 2. Análises de formulações farmacêuticas. Dados obtidos em triplicata e expressos em mg AA.

amostra	rotulado	farmacopéia	proposto
1	2000	2279 ± 11	2419 ± 41
2	2000	2333 ± 54	2399 ± 13
3	2000	2287 ± 22	2242 ± 26
4	1000	1159 ± 11	1169 ± 48
5	500	561 ± 1	560 ± 14
6	500	550 ± 9	512 ± 3
7	45	39 ± 1	41 ± 0,5
8	200	255 ± 1	186 ± 0,2
9	200	218 ± 3	180 ± 1

## Conclusões

O sistema proposto é aplicável à determinação em larga escala de AA em produtos farmacêuticos.

## Agradecimentos

FAPESP (processo 2011/14413-0)

<sup>1</sup> Ribeiro, M. F. T.; Dias, A. C. B.; Santos, J. L. M.; Lima, J. L. F. C. e Zagatto, E. A. G. *Anal. Bioanal. Chem.* **2006**, 384, 1019.

<sup>2</sup> Varma, S. R.; Calatayud, J. M. e Mottola, H. A. *Anal. Chim. Acta* **1990**, 233, 235.

<sup>3</sup> Rubira, A. F.; Costa, A. C.; Galembeck, F.; Escobar, N. F. L.; Silva, E. C. e Vargas, H. *Colloid. Surface* **1985**, 15, 63.