

Geração Sonoquímica de Iodo para a Determinação de Ácido Ascórbico em Medicamentos por Titulação Baseada no Período de Irradiação.

Vitória R. B. Soares¹(IC), Sivanildo da Silva Borges²(PQ), Mauro Korn^{1*}(PQ) (mkorn@uneb.br)

¹Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Universidade do Estado da Bahia, Salvador, BA

²Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA), Universidade de São Paulo, Piracicaba, SP

Palavras Chave: titulação baseada em tempo, iodimetria, geração sonoquímica de reagente

Introdução

A geração de reagentes *in situ* não é um processo usual nas análises químicas, apesar do emprego de ultra-sons de alta potência induzir a produção de espécies químicas em solução, como efeito da cavitação acústica. Assim, a irradiação ultra-sônica de soluções de KI promove a geração de I₂ no meio sonificado.¹ Nesse trabalho foi demonstrada a potencialidade da geração sonoquímica da espécie titulante e sua aplicação em titulações redox, aqui exemplificada pela geração de I₂ baseada no período de irradiação de soluções de I para determinação da concentração de vitamina C em formulações farmacêuticas.

Resultados e Discussão

Na exploração dessa titulação baseada em tempo de irradiação foram adicionadas alíquotas de 3 a 20 µL de soluções de referência de ácido ascórbico e de amostras de vitamina C adquiridas em farmácia local a 5 mL de soluções de KI (0,1 mol L⁻¹). Essas soluções foram irradiadas à temperatura ambiente (28±2 °C) sob potência de 40 W e frequência de 40 kHz. No procedimento proposto os sinais analíticos eram medidos (λ = 352 nm) em intervalos de 40 s de sonicação. Nas condições empregadas, a taxa de geração de I₂ foi de ca. 5 x 10⁻⁷ mol L⁻¹s⁻¹.

Na Figura 1 são apresentadas curvas de titulação fotométricas obtidas pela geração da espécie titulante no meio reacional para soluções de referência de ácido ascórbico em diferentes concentrações no meio reacional.

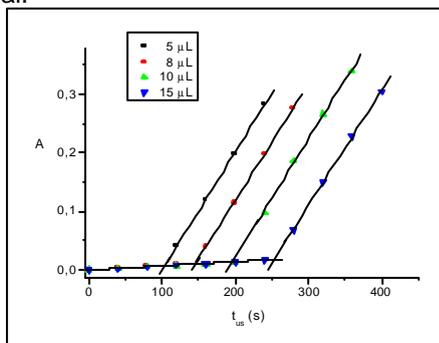


Figura 1. Curvas de titulação de soluções obtidas com a adição de diferentes volumes de ácido

ascórbico (0,01 mol L⁻¹) em 5 mL da solução precursora de I₂ com o tempo de sonicação.

A validação do método proposto foi realizada, comparando os resultados com o método de referência,² sendo observados erros de ca. 10%. Para titulações de uma mesma solução de referência de tiosulfato pelo método proposto foram feitas três replicatas e o RSD foi de 2%.

As concentrações finais de ácido ascórbico nas soluções de referência e amostras irradiadas estavam entre 0,1 e 10 µmol L⁻¹. Nesse intervalo pôde ser observada relação linear entre a concentração do analito (C) e o tempo de irradiação (t_{US}) correspondente ao ponto final ($C = -2,5 \times 10^{-5} + 1,2 \times 10^{-7} t_{US}$, $R = 0,9998$), permitindo a execução de pseudo-titulações. A partir dessa curva, foram calculadas as concentrações das amostras de vitamina C irradiadas e, os resultados estão na Tabela 1.

Tabela 1. Concentrações de ácido ascórbico em amostras de vitamina C adquiridas em farmácia local.

Amostras	Concentração (mg.mL ⁻¹)		
	Declarada	Método de referência	Método proposto
A	200	187,2	182,2
B	200	182,5	162,2
C	200	162,1	183,0

Conclusões

A titulação baseada em tempo de sonicação para a geração sonoquímica da espécie titulante, mostrou ser promissora para titulações redox como demonstrado na determinação de vitamina C em alíquotas de microvolumes da amostra pelo I₂ gerado sonoquimicamente, com erros de 10% e RSD de 2%.

Agradecimentos

NQA (PRONEX, CNPq – FAPESB).

¹ Bergmann, Ludwig, *Ultrasonics*. John Wiley & Sons. New York, 1938, 264 p.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Farmacopéia Brasileira. 3ª ed. Andrei Editora. 1977.