

PRÁCTICA 5

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ÁCIDO ASCÓRBICO EN UN PREPARADO FARMACÉUTICO MEDIANTE VOLUMETRÍA REDOX

INTRODUCCIÓN

El ácido ascórbico ($C_6H_8O_6$) es un azúcar con propiedades antioxidantes (Figura 1). El enantiomero L del ácido ascórbico se conoce como vitamina C, tratándose de una vitamina hidrosoluble esencial para los mamíferos, cuya deficiencia provoca escorbuto en humanos. Los humanos, debido a la ausencia del enzima L-gulonolactona oxidasa, no pueden sintetizar esta vitamina, de modo que debe ser ingerida a través de los alimentos (principalmente cítricos y verduras frescas). La vitamina C es necesaria para la síntesis del colágeno y de los glóbulos rojos, contribuye al buen funcionamiento del sistema inmunitario y también juega un papel importante en el metabolismo del hierro.

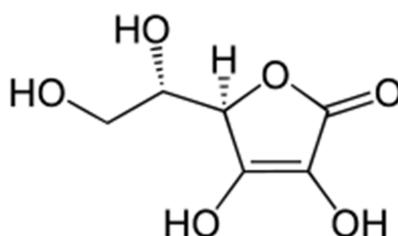


Figura 1. Fórmula del ácido ascórbico (AA)

La vitamina C se usa sobre todo como suplemento nutricional y además con fines terapéuticos, ya que administrada bajo una forma adecuada puede prevenir y a menudo curar enfermedades como la gripe. Esta vitamina apoya el sistema inmune, incrementando la concentración de inmunoglobulinas en el suero sanguíneo. El ácido ascórbico puede ser administrado por vía oral, intramuscular, subcutánea e intravenosa. Por vía oral, la vitamina C se absorbe a través de un proceso de transporte activo, siendo muy amplia su distribución, aunque las mayores concentraciones se observan en los tejidos glandulares. La mayor parte del ácido ascórbico se oxida de forma reversible a ácido dehidroascórbico (Figura 2), siendo el resto transformado en metabolitos inactivos que se excretan en la orina. Cuando existe

un exceso de ácido ascórbico en el organismo, se elimina sin metabolizar, lo que sirve para determinar analíticamente si existe o no un estado de saturación de vitamina C.

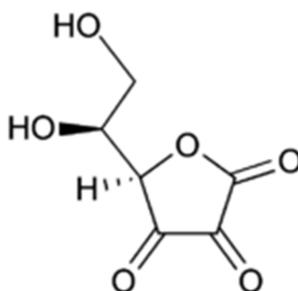
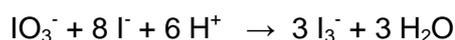


Figura 2. Fórmula del ácido dehidroascórbico (DHA)

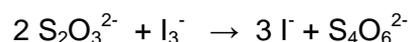
El ácido ascórbico es un agente reductor suave que es oxidado por el yodo en medio ácido de forma rápida y cuantitativa. Para su determinación mediante valoración redox, en primer lugar se genera un exceso conocido de anión triyoduro mediante la reacción en medio ácido de yodato (patrón primario) con un exceso de yodo:



Seguidamente se deja que transcurra la reacción entre el triyoduro generado y el ácido ascórbico:



Finalmente se valora el exceso de triyoduro con una disolución patrón de tiosulfato. Se aplica por tanto una valoración por retroceso.



OBJETIVOS

- Comprobar la aplicación de una técnica volumétrica por retroceso para análisis de vitamina C.
- Evaluar el empleo del anión tiosulfato como valorante y la determinación del punto final con indicadores redox.
- Determinar el contenido de vitamina C en un preparado farmacéutico por valoración redox.

- Verificar que el contenido de principio activo de un medicamento responde al valor promedio de los resultados alcanzados en el análisis.

REACTIVOS

Yodato potásico, yoduro potásico, tiosulfato potásico pentahidratado, almidón y ácido sulfúrico.

PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

- Disolución de yodato potásico 0,01 M. Calcule la masa de yodato potásico que ha de pesar para preparar 100 mL de dicha disolución. 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. Calcule la concentración exacta de la disolución preparada.

Masa real, g	
Molaridad, M	

- Disolución de tiosulfato sódico 0,05 M. Calcule los gramos de tiosulfato sódico pentahidratado que ha de pesar para preparar 250 mL de disolución. Efectúe la pesada en granatario, disuelva en agua desionizada y enrase en matraz aforado.
- Indicador de almidón. Forme una pasta con 20 g de almidón y 20 mL de agua. Vierta la pasta sobre 200 mL de agua hirviendo y deje enfriar.
- Disolución de ácido sulfúrico 0,5 M. Calcule el volumen de ácido sulfúrico concentrado necesario para preparar 200 mL de dicha disolución. Vierta lentamente y con mucha precaución el volumen de ácido calculado sobre unos 150 mL de agua desionizada y complete posteriormente con agua desionizada hasta un volumen de 200 mL.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

- **Factoración de la disolución de tiosulfato.** Vierta en un vaso de precipitados de 100 mL una alícuota de 10 mL de yodato potásico, tomada con pipeta de doble enrase. Seguidamente añada 0,4 g de yoduro potásico y 2 mL de la disolución de ácido sulfúrico 0,5 M. Coloque la disolución de tiosulfato en la bureta y comience a valorar hasta que la disolución contenida en el vaso de precipitados pierda casi todo su color, quedando un amarillo pálido. A continuación añada 0,4 mL del indicador de almidón y siga valorando hasta que pierda totalmente el color azul. Realice la valoración por triplicado. Calcule la concentración exacta de la disolución preparada.

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

- **Preparación de la muestra.** Pese en un vaso el contenido de un sobre del preparado farmacéutico utilizando la balanza analítica. Disuélvalo en agua bidestilada y lleve a un volumen final de 1 L en matraz aforado.
- **Determinación de ácido ascórbico en el producto farmacéutico.** Tome una alícuota de 20 mL de dicha disolución (con pipeta de doble enrase) y transfírela a un vaso de precipitados, añadiendo seguidamente 0,4 g de yoduro potásico, 10 mL de la disolución de yodato potásico (medidos con pipeta de doble enrase) y 2 mL de la disolución de ácido sulfúrico 0,5 M. Valore de forma similar al procedimiento indicado en el apartado anterior, añadiendo el almidón cuando quede poco yodo. Lleve cuidado de no añadir el almidón demasiado tarde, ya que uno de los excipientes del compuesto farmacéutico

imparte a la disolución un ligero color amarillo. Lleve a cabo esta valoración por triplicado.

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

RESULTADOS

- 1) A partir de los datos obtenidos en la primera valoración, calcule la concentración molar de la disolución de tiosulfato.
- 2) A partir de los datos obtenidos para la valoración de la muestra, calcule el contenido de ácido ascórbico en cada sobre del producto farmacéutico.
- 3) Calcular el promedio y la reproducibilidad el análisis expresado en términos de desviación estándar relativa (RSD, %).
- 4) Constatar si el contenido de ácido ascórbico encontrado se halla en concordancia con el valor suministrado por el fabricante (1 g de AA/sobre).