

DETERMINAZIONE DELLA QUANTITA' DI ACIDO ASCORBICO IN COMPRESSE MASTICABILI DI VITAMINA C TRAMITE TITOLAZIONE IODIMETRICA

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Determinare la quantità di acido ascorbico contenuta in compresse masticabili di vitamina C (nominale 500 mg/compressa) tramite titolazione con I_2 standardizzato.

REAGENTI:

- I_2 in soluzione 0.005 M (già pronta);
- acido ascorbico (MM = 176.12 g/mol);
- soluzione di salda d'amido (1% in H_2O) (già pronta).

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- Bilancia analitica;
- Buretta da 50 mL;
- Beute e becher;
- Pipette graduate/tarate;
- pipette Pasteur;
- matracci.

N.B.: i reagenti solidi si trovano presso le bilance, le soluzioni già pronte si trovano sotto cappa.

PRIMA DI INIZIARE LA PROCEDURA CONSULTARE LE SCHEDE DI SICUREZZA:

consultare le schede di sicurezza dei reagenti (disponibili in laboratorio) e riportare sulla scheda di laboratorio, se presenti, le indicazioni di pericolo (frasi H – numero e spiegazione!) per ogni reagente, che si trovano nella SEZIONE 2 della scheda.

Inoltre leggere in particolare: i consigli di prudenza (frasi P), se presenti, nella SEZIONE 2; la SEZIONE 4 (“Misure di primo soccorso”) e la SEZIONE 8 (“Controllo dell'esposizione/protezione individuale”).

CAMPIONE:

Compresse masticabili di vitamina C.

PROCEDURA:

➤ PARTE 1 Preparazione del campione globale

- Ogni gruppo campiona in modo casuale una compressa dal blister, la pesa su bilancia analitica, registra il peso e poi la frantuma in mortaio fino a ridurla in polvere;
- L'insieme delle compresse frantumate forma il campione globale da cui ogni gruppo preleva l'aliquota necessaria per effettuare l'analisi;
- Registrare nell'apposita sezione della scheda di laboratorio tutti gli ingredienti presenti nella compressa diversi dall'acido ascorbico (eccipienti).

✓ CALCOLI PRELIMINARI per PARTE 2 (seguire la scheda di laboratorio)

Scrivere la reazione tra acido ascorbico e I_2 .

Calcolare il volume presunto di I_2 (titolo nominale 0.005 M) che dovrebbe essere consumato considerando una pesata nominale 0.1 g di acido ascorbico.

➤ **PARTE 2 Standardizzazione di I₂ 0.005 M con acido ascorbico**

- Pesare con bilancia analitica circa esattamente (c.e.) 0.1 g di acido ascorbico su una navicella da pesata (precisione di 0.1 mg);
- Trasferire il solido in un matraccio tarato da 100 mL;
- Agitare senza girare il matraccio sottosopra e senza tapparlo, fino alla completa dissoluzione;
- Aggiungere altra H₂O (con pipetta Pasteur) e portare a volume stando attenti a non oltrepassare la tacca sul collo del matraccio;
- Tappare e agitare anche mettendo il matraccio sottosopra ed eventualmente aggiungere altra H₂O se si osserva una contrazione di volume;
- Trasferire 10 mL della soluzione di acido ascorbico in una beuta da 250 mL;
- Aggiungere c.a. 100 mL di acqua distillata;
- Aggiungere 2 mL di soluzione di salda d'amido, la soluzione rimane incolore;
- Avvinare una buretta da 50 mL con circa 10 mL della soluzione di I₂ 0.005 M e versare poi nel becher degli scarti i 10 mL di soluzione utilizzata per l'avvinamento;
- Riempire e azzerare la buretta con la soluzione di I₂ 0.005 M (attenzione alle bolle nel beccuccio);
- Mettere sotto alla beuta un foglio di carta bianca per poter meglio apprezzare il viraggio;
- Titolare sotto agitazione manuale l'acido ascorbico con la soluzione di I₂ 0.005 M (lavare periodicamente le pareti della beuta, usando la spruzzetta, per portare in soluzione eventuali goccioline di reattivo schizzate via) fino a comparsa di colorazione blu scuro persistente per 15 s. Annotare il volume aggiunto leggendo il volume al punto di arresto;
- Ripetere la titolazione altre 2 volte (per un totale di 3) e fare la media dei risultati.

✓ **CALCOLI PRELIMINARI per PARTE 3** (*seguire la scheda di laboratorio*)

Calcolare il volume presunto di I₂ (considerando il titolo esatto ricavato dalla PARTE 2) che dovrebbe essere consumato in base alla quantità di acido ascorbico presente in ogni compressa come indicato dall'etichetta e considerando una pesata di campione polverizzato di 0.3 g.

➤ **PARTE 3 Determinazione dell'acido ascorbico nelle compresse**

- Pesare con bilancia analitica circa esattamente (c.e.) 0.3 g di campione in polvere su una navicella da pesata (precisione di 0.1 mg);
- Trasferire il solido in un matraccio tarato da 100 mL e portare correttamente a volume;
- Trasferire 20 mL della soluzione del campione in una beuta da 250 mL;
- Aggiungere c.a. 100 mL di acqua distillata;
- Aggiungere 2 mL di soluzione di salda d'amido;
- Titolare con la soluzione di I₂ 0.005 M (come fatto nella PARTE 1);
- Ripetere la titolazione altre 2 volte (per un totale di 3) e fare la media dei risultati.

SMALTIMENTO DEI RIFIUTI:

Le soluzioni possono essere smaltite nel lavandino facendo scorrere acqua dal rubinetto, poiché il laboratorio è collegato ad un sistema di depurazione degli scarichi.

LAVAGGIO VETRERIA:

Risciacquare con acqua di rubinetto, poi con acqua distillata.

ELABORAZIONE DEI DATI:

Utilizzare la scheda di laboratorio per riportare i seguenti risultati:

- ✓ Calcolare il titolo esatto (media) della soluzione di I_2 ottenuto dalla PARTE 2;
- ✓ Calcolare la massa di acido ascorbico (in mg) contenuta in una compressa (per il calcolo utilizzare la pesata media ottenuta dai gruppi del medesimo turno). Esprimere il risultato finale come media e calcolare la deviazione standard. Esprimere l'incertezza utilizzando la t di Student per un livello di confidenza del 95%. Confrontare il risultato ottenuto (comprensivo dell'incertezza) rispetto a quanto indicato sull'etichetta e commentare;
- ✓ Costruire un grafico con la curva di titolazione per la PARTE 2 utilizzando la media dei risultati ottenuti (considerare per I_2 $E^0 = 0.53$ V e per l'acido ascorbico $E^0 = 0.39$ V).

DOMANDE:

Rispondere alle seguenti domande nello spazio disponibile sulla scheda di laboratorio:

- 1) Spiegare il funzionamento dell'indicatore (considerando la sua struttura chimica);
- 2) Spiegare cosa indica il viraggio dell'indicatore rispetto alla reazione che avviene durante la titolazione;
- 3) Spiegare perché I_2 NON è uno standard primario;
- 4) Spiegare se qualcuno dei componenti della compressa (eccipienti) può essere un possibile interferente per l'analisi.