
Milena Milutinović i Bojan Vulović

Poređenje kiselinno-bazne titracije sa jodimetrijskim metodama za određivanje vitamina C

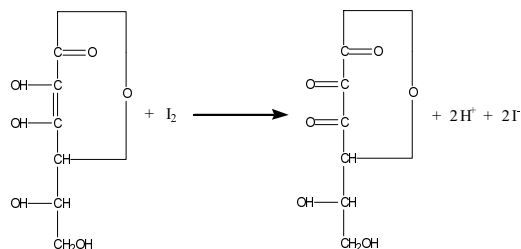
Ispitana je mogućnost primene kiselinno-bazne titracije za određivanje vitamina C poređenjem sa direktnim jodimetrijskim titracijama koje su propisane u farmakopejama. Takođe, ispitana je mogućnost primene kiselinno-bazne titracije i jodimetrijskih titracija za određivanje vitamina C u gotovim farmaceutskim preparatima. Rezultati su pokazali da se kiselinno-bazna titracija može koristiti za određivanje vitamina C, jer daje rezultate koji se značajno ne razlikuju od rezultata dobijenih jodimetrijom. Isto tako, navedene metode se mogu koristiti za određivanje vitamina C u farmaceutskim preparatima askorbinske kiseline.

Uvod

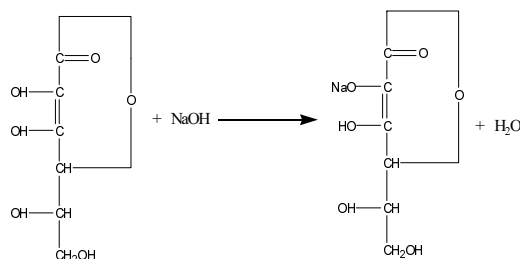
L-askorbinska kiselina (vitamin C) pripada grupi hidrosolubilnih vitamina i ima veoma važne uloge u metabolizmu čoveka. Da bi se zadovoljile dnevne potrebe organizma za ovim vitaminom, na tržištu postoji niz gotovih farmaceutskih preparata vitamina C. Zbog nestabilnosti na vazduhu i svetlosti potrebna je česta kontrola askorbinske kiseline u tim preparatima. Zato je potrebno pronaći metodu za određivanje vitamina C koja će biti dovoljno efikasna, ali imati i opravdanje sa komercijalnog stanovišta.

Farmakopeje propisuju određivanje vitamina C direktnim jodimetrijskim titracijama (Ph. Jug. IV, Ph. Eur. V). Naime, vodeni rastvori askorbinske kiseline imaju visoku redukcionu moć (Savić 1989). Askorbinska kiselina redukuje rastvor joda, a jedna-

čina reakcije (na kojoj se i zasniva jodimetrijska titracija) je :



Međutim, askorbinska kiselina je slaba dvobazna kiselina i može se titrovati rastvorom jake baze (Savić 1989). Jednačina reakcije na kojoj se zasniva ova titracija je:



Cilj ovog rada bio je:

- da se ispita tačnost i preciznost kiselinno-bazne titracije poređenjem sa direktnim jodimetrijskim metodama za određivanje vitamina C (po propisima Ph. Jug. IV i Ph. Eur. V),
- da se ispita mogućnost primene kiselinno-bazne titracije i direktnih jodimetrijskih metoda u određivanju vitamina C u gotovim farmaceutskim preparatima.

Milena Milutinović (1983), Požarevac, Golubačka 5, učenica 4. razreda Požarevačke gimnazije

Bojan Vulović (1983), Vlačka, učenik 4. razreda Gimnazije u Mladenovcu

MENTOR: Dr Katarina Karljicki-Rajić,
Farmaceutski fakultet Univerziteta u Beogradu,
Zavod za analitičku hemiju

Materijal i metode

U eksperimentalnom delu je rađena direktna jodimetrijska titracija vitamina C po propisu Ph. Jug. IV i Ph. Eur. V i kiselinsko-bazna titracija natrijum hidroksidom. Treba napomenuti da je rastvor joda korišćen za određivanje vitamina C po propisu Ph. Eur. V standardizovan sekundarnim standardom (natrijum-tiosulfatom), a ne primarnim standardom (arsen-trioksidom).

Autori ovog rada su predložili novu metodu koja je pokazala najbolje rezultate ako se izvodi na sledeći način:

Kiselinsko-bazna titracija

Rastvori se 0.2 g askorbinske kiseline u 20 cm³ destilovane vode, doda kap-dve rastvora fenolftaleina i odmah po rastvaranju titrira sa 0.1 M rastvorom natrijum hidroksida.

Određivana je količina askorbinske kiseline u sledećim farmaceutskim preparatima vitamina C (nabavljenim na tržištu):

- Vitamin C, "Galenika", tablete 500 mg,
- Vitamin C, "Fampharm", tablete 500 mg,
- Vitamin C, "Ivančić i sinovi", lakorastvorni prašak, kesice 500 mg.

Rezultati i diskusija

Rezultati određivanja sadržaja vitamina C, u čistom askorbinskoj kiselini, prikazani su u tabeli 1.

Tabela 1. Dobijeni sadržaj (%) vitamina C u čistom uzorku askorbinske kiseline

| Metoda | Ph. Jug. IV | Ph. Eur. V | Alkalimetrija |
|-------------------|-------------|------------|---------------|
| Srednja vrednost | 99.4 | 99.1 | 99.3 |
| Stand. devijacija | 0.4 | 0.6 | 0.4 |
| Standardna greška | 0.10 | 0.14 | 0.10 |

Vrednosti sadržaja vitamina C koje su dobijene po propisu Ph. Jug. IV, Ph. Eur. V leže unutar granica propisanih tim farmakopejama (100±5%). Takođe vrednost sadržaja vitamina C dobijena kiselinsko-baznom titracijom leži unutar granica koje propisuju obe farmakopeje. Primećuje se da je

sadržaj vitamina C dobijen po propisu Ph. Eur. V nešto niži nego sadržaj vitamina C dobijen po propisu Ph. Jug. IV i kiselinsko-baznom titracijom. Pretpostavlja se da je to posledica načina standard-izacije rastvora joda, koji se koristi kao titrant. Rezultati određivanja vitamina C primenom redoks metoda i alkalimetrijom upoređeni su međusobno. F-test je pokazao da ne postoji značajna razlika (pri nivou poverenja od 95%) u preciznosti između ove tri metode. Primenom Studentovog t-testa nije konstatovana značajna razlika u tačnosti između ove tri metode.

Rezultati određivanja sadržaja vitamina C u gotovim farmaceutskim preparatima nabavljenim na tržištu prikazani su u tabeli 2:

Tabela 2. Sadržaj u procentima aktivne komponente (vitamina C) u gotovim farmaceutskim preparatima

| Proizvođač | Metoda | | |
|------------------|-------------|------------|---------------|
| | Ph. Jug. IV | Ph. Eur. V | Alkalimetrija |
| Galenika | 98.5(3) | 97.0(4) | 98.7(6) |
| Fampharm | 99.0(6) | 97.4(5) | 98.7(3) |
| Ivančić i sinovi | 99.6(3) | 96.8(3) | 99.0(3) |

Svi analizirani farmaceutski preparati askorbinske kiseline pokazuju sadržaj aktivne komponente u granicama koje su propisane: 100±5%. Prilikom određivanja askorbinske kiseline u gotovim farmaceutskim preparatima (Galenika, Fampharm) javlja se nerastvoran ostatak, koji potiče od punioca, usled čega je završna tačka titracije nedovoljno jasno izražena.

Zaključak

Rezultati primenjene kiselinsko-bazne titracije na čistom uzorku vitamina C pokazuju da navedena metoda može da se koristi za određivanje askorbinske kiseline, jer daje dovoljno tačne i precizne rezultate (99.31±0.22%). Ne postoji statistički značajna razlika u preciznosti i tačnosti između alkalimetrijske metode i direktnih jodimetrijskih metoda koje propisuju farmakopeje. Takođe, kiselinsko-bazna titracija ima opravdanja sa komercijalnog stanovišta jer je oko dvadeset puta jeftinija od jodimetrijske metode. Jedan od

njenih nedostataka je nedovoljno jasno izražena završna tačka titracije.

Analizirani farmaceutski preparati vitamina C pokazuju sadržaj askorbinske kiseline u propisanim granicama $100\pm 5\%$. Navedena alkalimetrijska metoda i redoks metode mogu se koristiti za određivanje sadržaja vitamina C u gotovim farmaceutskim preparatima. Međutim, u mutnim rastvorima vizuelno praćenje završne tačke titracije je ograničeno, što je jedan od nedostataka svih ispitivanih metoda.

U daljem istraživanju, bilo bi korisno detaljnije ispitati koliko način standardizacije titranta utiče na preciznost i tačnost navedenih volumetrijskih metoda. Takođe, bilo bi korisno ispitati mogućnost primene mešanih (i drugih baznih) indikatora u navedenoj alkalimetrijskoj metodi, koji bi mogli da olakšaju praćenje završne tačke titracije.

Literatura

Ph. Eur. 1997. *European Pharmacopeia*, 3rd edition 1997. European Pharmacopoeia Commission

Ph. Jug. IV 1984. *Farmakopeja SFRJ*, četvrto izdanje. Beograd: Savezni zavod za zdravstvenu zaštitu

Ph. Jug. V 2001. *Jugoslovenska farmakopeja 2000*, peto izdanje (prilagođeni prevod Evropske farmakopeje). Beograd: Savremena administracija

Lide R. D. (ed.) 1998. *Handbook of chemistry and Physics*, 78th edition 1997-98. New York: CRC Press

Miller J. C., Miller J. N. 1988. *Statistics for analytical chemistry*. New York: Halsted Press.

Savić J., Savić M., 1989. *Osnovi analitičke hemije, Klasične metode*, III izdanje. Sarajevo: Svjetlost

Milena Milutinović and Bojan Vulović

Comparison of Acid-base Titration with Iodimetric Methods for Vitamin C Determination

The purpose of this paper was

- to examine the accuracy and the precision of acid-base titrations by comparing them with direct iodimetric methods for vitamin C determination (as recommended by the Ph. Jug. IV and Ph. Eur. V)
- to examine the possible usage of acid-base titration and direct iodimetric methods in quantifying vitamin C content in ready-made pharmaceutical products.

The acid-base titration: 0.2 g of ascorbic acid is dissolved in 20 cm³ of distilled water, a drop or two of phenolphthaleine solution is added. Immediately upon dissolution the solution is titrated with 0.1 M solution of sodium hydroxide.

The amounts of vitamin C which was obtained as prescribed by Ph. Jug. IV ($99.4\pm 0.4\%$), Ph. Eur. V ($99.1\pm 0.6\%$) and by acid-base titration ($99.3\pm 0.4\%$) lie within the ranges prescribed by these pharmacopoeias. By statistical tests, the precision and accuracy of above mentioned methods was compared. The tests showed that there is no great difference in precision, or accuracy of these methods. All analyzed pharmaceutical ready-made products of ascorbic acid have a content of the active substance within the prescribed ranges. The results of acid base titration utilization on samples of pure ascorbic acid show that this method can be used to determine ascorbic acid. Also, the mentioned alkalimetric methods and the redox methods can be used to determine vitamin C content in ready-made pharmaceutical products 