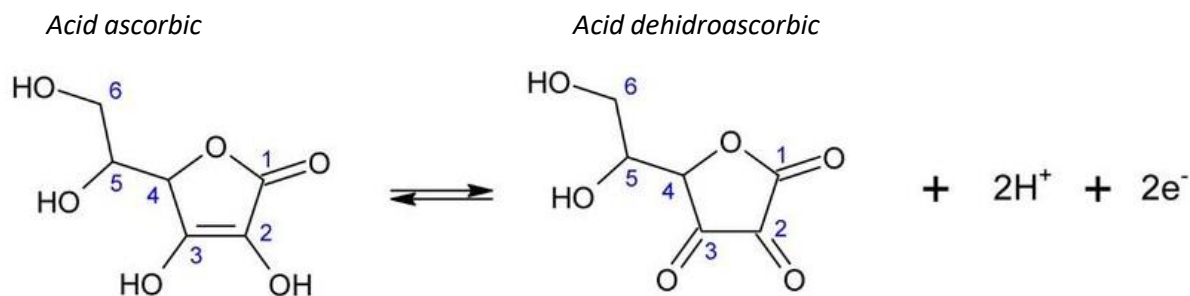


# Determinarea acidului ascorbic în sucul de portocale

## 1. Introducere

Determinarea vitaminei C, denumită și acid ascorbic, se bazează pe oxidarea acidului ascorbic în acid dehidroascorbic.



Scopul acestui experiment este de a determina acidul ascorbic în sucul de fructe. Această abordare se bazează pe oxidarea electrochimică a vitaminei C la nivelul electrozilor de lucru.

## 2. Materiale necesare

- Potențiometrul
- Electrozi serigrafiați
- Flacoane marcate volumetric
- Pahare Berzelius
- Pipete
- Celulă pentru electrozi serigrafiați
- Pompă peristaltică
- Supapă de injecție

## 3. Experimentul propriu-zis

Se utilizează un sistem potențiometric de trei electrozi specifici pentru măsurătorile electrochimice. Cei trei electrozi sunt integrați în electrodul serigrafiat, unde electrozii implicați au la bază cerneală de carbon, iar electrodul de pseudoreferință este realizat din argint.

### ➤ Caracterizarea procesului oxidativ

Metoda de determinare prin voltametrie ciclică face posibilă caracterizarea comportamentului electrochimic al acidului ascorbic.

- a) Identificarea proceselor de oxido-reducere pe electrozii serigrafiați evidențiază reversibilitatea sau ireversibilitatea proceselor care au loc. Se vor realiza următoarele etape de lucru:
- Se prepară 50 mL de soluție stoc, de concentrație  $10^{-2}$  M de acid ascorbic, în  $\text{H}_2\text{SO}_4$  cu concentrația de 0,5M
  - Se prepară un volum de 10mL o soluție diluată, **S1**, cu concentrația  $10^{-4}$ M prin diluare cu o soluție de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  cu concentrația de 0,5M.
  - Se pipetează 50 microlitri de soluție S1 pe suprafața serigrafiată și se înregistrează voltamograma.
  - Potențial inițial: -0,30 V ; Potențial final: +0,90 V ; Rata de scanare: 50 mV/s.
- b) Se determină dacă procesul chimic este determinat de adsorbție sau de difuzie:
- Se plasează pe suprafața electrodului 50 microlitri de soluție de acid ascorbic  $10^{-4}$ M și se înregistrează voltamogramele ciclice între +0,10V și 0,75V, la rate de scanare diferite, folosind aceeași cantitate de soluție și același electrod serigrafiat.
  - Măsurătorile trebuie realizate la rate de scanare diferite (10, 25, 50, 75, 100, 250 mV/s)
- c) Se studiază efectul variației de pH în comportamentul electrochimic al acidului ascorbic (variația pHului 2-7), alegând cel mai facil interval pentru a desfășura detecția voltmetrică:
- Se prepară 6 soluții buffer Britton-Robinson de putere ionică constantă și pH 2, 3, 4, 5, 6 și 7 (vezi apendix)
  - Se prepară 10 mL de soluție de acid ascorbic de concentrație  $10^{-4}$ M, folosind fiecare dintre soluțiile buffer.
  - Se folosesc 50 microlitri din fiecare soluție de acid ascorbic și se înregistrează o voltamogramă ciclică (de la 0,10 V la 0,75 V la 100 mV/s), folosind un electrod diferit pentru fiecare determinare.
  - Se observă relația dintre pH și potențialul mediu pentru a decide pH-ul potrivit pentru determinarea acidului ascorbic. Se selectează pH = 5, ca fiind cel optim.
  - După caracterizarea procesului electrochimic, voltametria în puls diferențial va fi utilizată ca și o tehnică analitică.
  - Efectul amplitudinii pulsului în timpul procesului electrochimic necesită studiu, pentru a alege cea mai potrivită valoare (25, 50, 75 și 100mV; se alege 100mV/s)
  -

➤ **Teste analitice specifice metodei**

- a) Repetitivitatea: intra și interrepetitivitatea electrochimică (50 microlitri de  $10^{-4}$ M de sol acid ascorbic)
- a.1. – intraelectrochimică: Măsurătorile se desfășoară folosind același electrod, spălându-l cu apă ultrapură, înainte de fiecare măsurătoare.
- a.2. – interelectrochimică: se folosește un nou electrod pentru fiecare măsurătoare
- b) Curba de calibrare: calibrarea se realizează folosind același electrod, care se spală cu apă ultrapură după fiecare determinare. Intervalul concentrațiilor: de la  $10^{-6}$ M la  $10^{-3}$ M.

Exemplu-teste analitice: Măsurarea a 10 semnale analitice succesive de soluție de acid ascorbic  $10^{-5}$  M. Pentru curba de calibrare, concentrația variază între  $10^{-7}$ M și  $10^{-4}$ M.

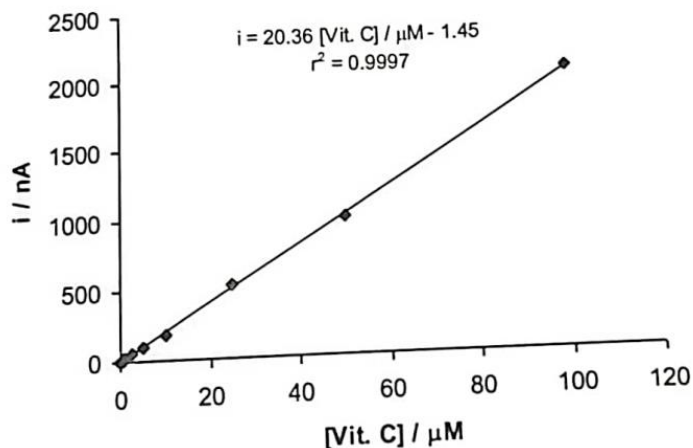


Figura.1. Dreapta de calibrare pentru determinarea vitaminei C

#### ➤ **Determinarea acidului ascorbic în suc de portocale**

Cuantificarea este realizată prin metoda adițiilor standard repetate. Se prepară diluția adecvată a probei pentru a obține un semnal analitic în intervalul mediu al curbei de calibrare. Se prepară apoi mai multe diluții ale probei, adăugându-se treptat cantități mai mari de soluție standard. Diluțiile probei necesită analizare repetată (duplicat/triplicat), iar valoarea concentrației finale va reprezenta media datelor individuale obținute.

#### ➤ **Sistemul de analiză cu injecție de flux**

Determinarea acidului ascorbic într-un sistem de analiză cu injecție de flux se realizează prin detecție amperometrică. Sistemul de flux este compus dintr-un recipient pentru solvent, un sistem de tuburi, o pompă peristaltică, o valvă de injecție de 50 microlitri, un detector și un recipient pentru deșeuri. Procesul de detecție e realizat de către un detector electrochimic, cu o celulă cu flux confecționată din metacrilat și un electrod serigrafat. Această celulă este construită pentru obținerea unui flux de intrare perpendicular pe suprafața electrodului. Un inel delimitează volumul celulei electrochimice.

#### ➤ **Curba hidrodynamică**

Solventul utilizat pentru sistemul de analiză cu injecție de flux este sistemul tampon Britton-Robinson, la pH-ul selectat (pH=5), cu rata de flux între 2 și 2,5 mL/min. Se determină cel mai bun potențial de lucru pentru determinarea vitaminei C, astfel încât potențialul să varieze între -0,10V și +0,60V. Pentru fiecare potențial se înregistrează de 5 ori intensitatea pentru soluția de acid ascorbic  $10^{-4}\text{M}$ . Cea mai mare valoare a intensității determină potențialul de lucru (0,5V) (pe grafic, axa Ox va reprezenta potențialul (V), în timp ce axa Oy va reprezenta intensitatea (mA)).

## 4. Appendix–Soluție tampon Britton-Robinson.

Puterea ionică este constantă ( $\mu=0,3M$ )

Sistemul tampon (buffer-ul) reprezintă un amestec între acid acetic,  $H_3PO_4$  și  $H_3BO_3$  (cu concentrațiile de 0,04M). Acesta poate fi folosit pentru o variație de pH de la 2 la 12. pH-ul poate fi modificat prin adăugarea de NaOH.

- Soluții:

### Soluția A:

- sunt necesari acizii - acid acetic,  $H_3PO_4$  și  $H_3BO_3$  (cu concentrațiile de 0,16M)

- într-un recipient de 1000 mL se amestecă:

- ✓ 9,2 mL 99.7% acid acetic
- ✓ 15,7 g  $H_3PO_4$  (solid) sau 10,8 mL 85%  $H_3PO_4$
- ✓ 9,95 g  $H_3BO_3$  (solid)

- se dizolvă în apă ultrapură (1000 mL)

Soluția B: 32 g NaOH 0,8M se dizolvă în apă ultrapură (1000 mL)

Soluția C: 78,4 g NaCl 1,34M se dizolvă în apă ultrapură (1000 mL)

- Se adaugă 25 mL soluție A într-un pahar Berzelius de 200mL și se adaugă următoarele volume de soluții B și C, în funcție de pH-ul necesar (volumul este în mL):

| pH   | Soluția B (NaOH 0,8 M) | Soluția C (NaCl 1,34M) |
|------|------------------------|------------------------|
| 2,02 | 1,00                   | 20,89                  |
| 3,04 | 4,50                   | 19,60                  |
| 4,06 | 6,00                   | 18,78                  |
| 5,11 | 9,00                   | 16,93                  |
| 6,10 | 11,00                  | 15,14                  |
| 7,00 | 13,50                  | 12,25                  |

- După diluția până la un volum de aproape 100 mL, se verifică pH-ul (se ajustează dacă este necesar). Când este atinsă valoarea necesară de pH, soluția se transferă într-un recipient gradat, iar volumul se aduce la 100 mL.

## 5. Concluzie

Determinarea acidului ascorbic în suc de portocale are loc prin metoda cu adiții standard repetate.

## 6. Bibliografie

Dropsens.com. 2021. [online] Disponibil la:

<[http://www.dropsens.com/en/pdfs\\_productos/new\\_brochures/pl1\\_pl2\\_pl3\\_pl4\\_pl5\\_pl6\\_pl7.pdf](http://www.dropsens.com/en/pdfs_productos/new_brochures/pl1_pl2_pl3_pl4_pl5_pl6_pl7.pdf)>