



Application Note AN-T-230

Cuantificación de 1,2-dioles por valoración redox yodométrica

La escisión oxidativa se utiliza como tratamiento de muestras previo a la valoración para analizar manitol, glicerina y mucho más.

La determinación del contenido de manitol es un aspecto importante del control de calidad en las industrias farmacéutica y alimentaria. En la industria farmacéutica, el manitol se usa como excipiente en la producción de tabletas, cápsulas y otras formas de dosificación. También se utiliza como edulcorante en productos alimenticios. La escisión oxidativa selectiva se puede utilizar para cuantificar la cantidad de grupos 1,2-diol en el analito. Las moléculas como el manitol o la glicerina se oxidan en condiciones ambientales. Al oxidar un equivalente de un diol, el

ion peryodato se reduce a yodato. El átomo de yodo se reduce de un estado de oxidación de +7 a +5 y, en presencia de iones de yoduro y ácido, se forma yodo a partir de peryodato y yodato. El yodo formado se puede valorar con una solución de tiosulfato. Con la adición de reactivos automatizada y una determinación de blanco automatizada, se pueden lograr resultados reproducibles con una RSD muy baja. Mediante el uso de electrodos digitales, todos los componentes utilizados son completamente rastreables y compatibles.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y DEL BLANCO

Esta aplicación se demuestra en manitol, glicerina y glicol.

Después de pesar la muestra en un vaso de precipitados de vidrio color ámbar, se añadió la

solución de peryodato. A continuación, la mezcla de reacción se cubrió y se almacenó en la oscuridad durante 30 minutos.

EXPERIENCIA

Las soluciones de blanco y de muestra se titularon después de un tiempo de reacción de 30 minutos. Antes de la titulación, se añadieron automáticamente solución de yoduro de potasio y ácido sulfúrico. Usando la configuración del instrumento que se

muestra en **Figura 1** Luego, la muestra se tituló con solución de tiosulfato hasta después del primer punto de equivalencia con el dPt Titrode. Todo el proceso se puede automatizar para minimizar los errores de manejo.

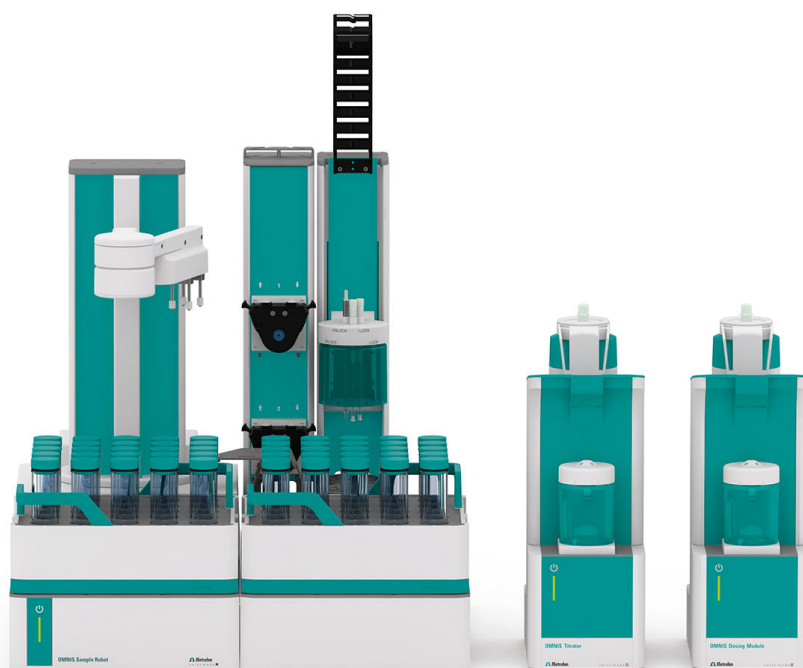


Figure 1. Titulador OMNIS con un módulo de dosificación OMNIS y un robot de muestras OMNIS S.

RESULTADOS

La determinación de varias moléculas que contienen diol (tabla 1) dio algunos resultados muy precisos con un porcentaje significativo de recuperación/peso en

la muestra. Un ejemplo de determinación se muestra en Figura 2.

Tabla 1. Resultados de la determinación de dioles por clivaje oxidativo.

Muestra	Resultado % en peso	RSD en %
Manitol	101,62	0,36
Glicerina	101,99	2,14
Glicol	100,72	0,17

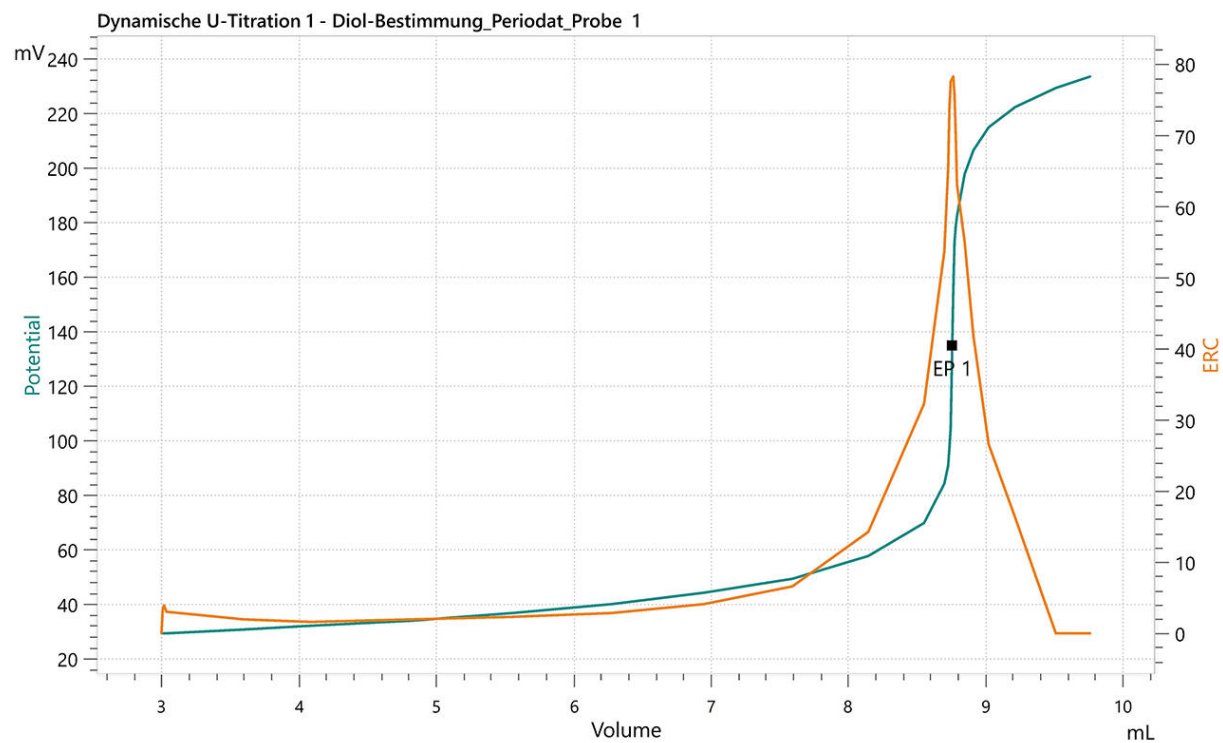


Figure 2. Ejemplo de curva de determinación de dioles en manitol.

CONCLUSIÓN

Los valoradores automáticos de Metrohm pueden resultar muy útiles para determinar el contenido de 1,2-diol mediante valoración yodométrica. Estos tituladores están diseñados para automatizar el proceso de titulación y proporcionar resultados exactos y precisos. También tienen la capacidad de realizar múltiples titulaciones en un corto período de tiempo y de controlar y monitorear todo el proceso de

titulación, incluida la adición de reactivos, mediciones y detección de punto final.

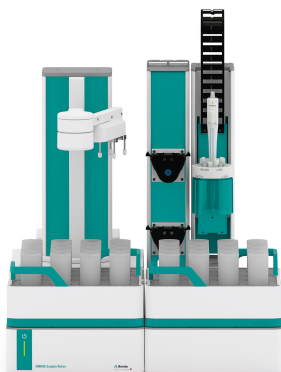
En general, el uso de valoradores automáticos de Metrohm puede mejorar la eficiencia y precisión de la determinación de 1,2-dioles mediante valoración yodométrica y puede ser una herramienta útil para el control de calidad en las industrias farmacéutica y alimentaria.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot con un módulo de bombeo "peristáltico" (2 canales) y un módulo Pick&Place, además de accesorios variados para un acceso directo a la titulación totalmente automatizada. El sistema ofrece en dos gradillas de muestras espacio para 32 vasos de muestra de 120 mL. Este sistema modular se suministra totalmente montado y puede ser puesto en funcionamiento en poco tiempo.

Si se desea, el sistema puede ampliarse con dos bombas peristálticas y otro módulo Pick&Place, para así duplicar el rendimiento. Si fueran necesarias otras puesto de trabajo, este Sample Robot puede ampliarse a un OMNIS Sample Robot del tamaño L, de modo que se podrían trabajar paralelamente muestras de siete gradillas en hasta cuatro módulos Pick&Place y cuadruplicar así el rendimiento de la muestras.