



Application Note AN-T-230

Quantificazione di 1,2-dioli mediante titolazione redox iodometrica

Scissione ossidativa utilizzata come trattamento del campione pre-titolazione per analizzare mannitolo, glicerina e molto altro

La determinazione del contenuto di mannitolo è un aspetto importante del controllo di qualità nell'industria farmaceutica e alimentare. Nell'industria farmaceutica, il mannitolo viene utilizzato come eccipiente nella produzione di compresse, capsule e altre forme di dosaggio. È anche usato come dolcificante nei prodotti alimentari. La scissione ossidativa selettiva può essere utilizzata per quantificare la quantità di gruppi 1,2-diolo nell'analita. Molecole come il mannitolo o la glicerina sono ossidate in condizioni ambientali. Durante

l'ossidazione di un equivalente di un diolo, lo ione periodato viene ridotto a iodato. L'atomo di iodio viene ridotto da uno stato di ossidazione da +7 a +5 e, in presenza di ioni ioduro e acido, lo iodio si forma da periodato e iodato. Lo iodio formatosi può essere titolato con soluzione di tiosolfato. Con l'aggiunta automatica di reagenti e una determinazione automatica del bianco, è possibile ottenere risultati riproducibili con un RSD molto basso. Utilizzando elettrodi digitali, tutti i componenti utilizzati sono completamente tracciabili e conformi.

CAMPIONE E PREPARAZIONE DEL BIANCO

Questa applicazione è dimostrata su mannitolo, glicerina e glicole.

Dopo aver pesato il campione in un bicchiere di vetro

ambrato, è stata aggiunta la soluzione di periodato. La miscela di reazione è stata quindi coperta e conservata al buio per 30 minuti.

ANALISI

Il bianco e le soluzioni campione sono state titolate dopo un tempo di reazione di 30 minuti. Prima della titolazione, la soluzione di ioduro di potassio e l'acido solforico venivano aggiunti automaticamente. Utilizzando la configurazione dello strumento

mostrata nella **Figura 1**, il campione è stato quindi titolato con una soluzione di tiosolfato fino a dopo il primo punto di equivalenza con il dPt Titrode. L'intero processo può essere automatizzato per ridurre al minimo gli errori di gestione.

ANALISI

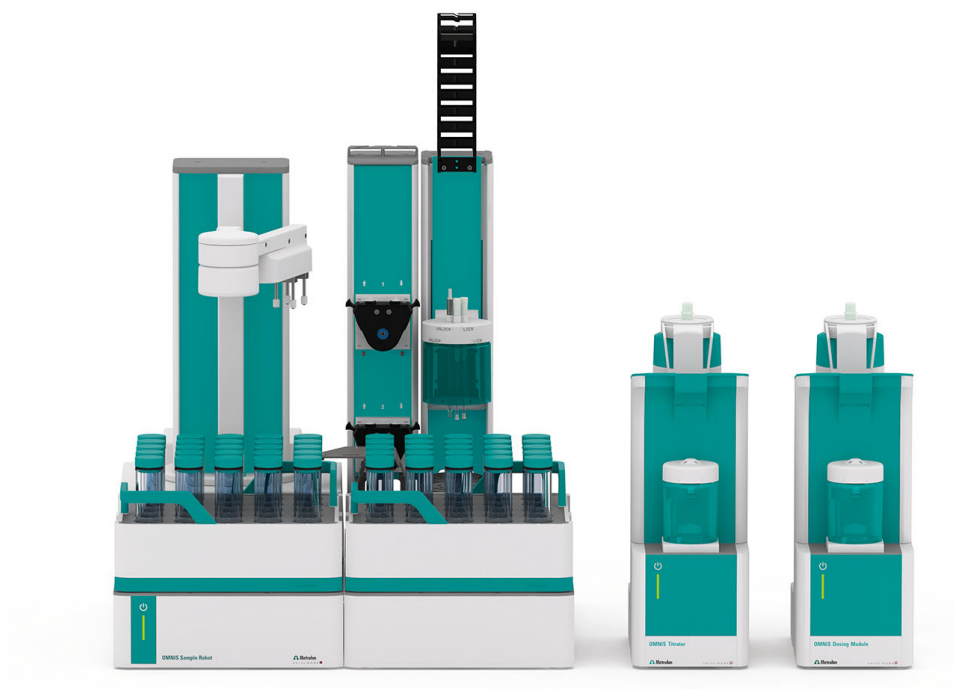


Figure 1. Titolatore OMNIS con un modulo di dosaggio OMNIS e un robot di campionamento OMNIS S.

La determinazione di varie molecole contenenti diolo (Tabella 1) ha fornito alcuni risultati molto accurati con una significativa percentuale di recupero/peso

nel campione. Un esempio di determinazione è mostrato nella Figura 2.

Tabella 1. Risultati della determinazione del diolo mediante scissione ossidativa.

Campione	Result wt%	RSD in %
Mannitolo	101.62	0.36
Glicerina	101.99	2.14
Glicole	100.72	0.17

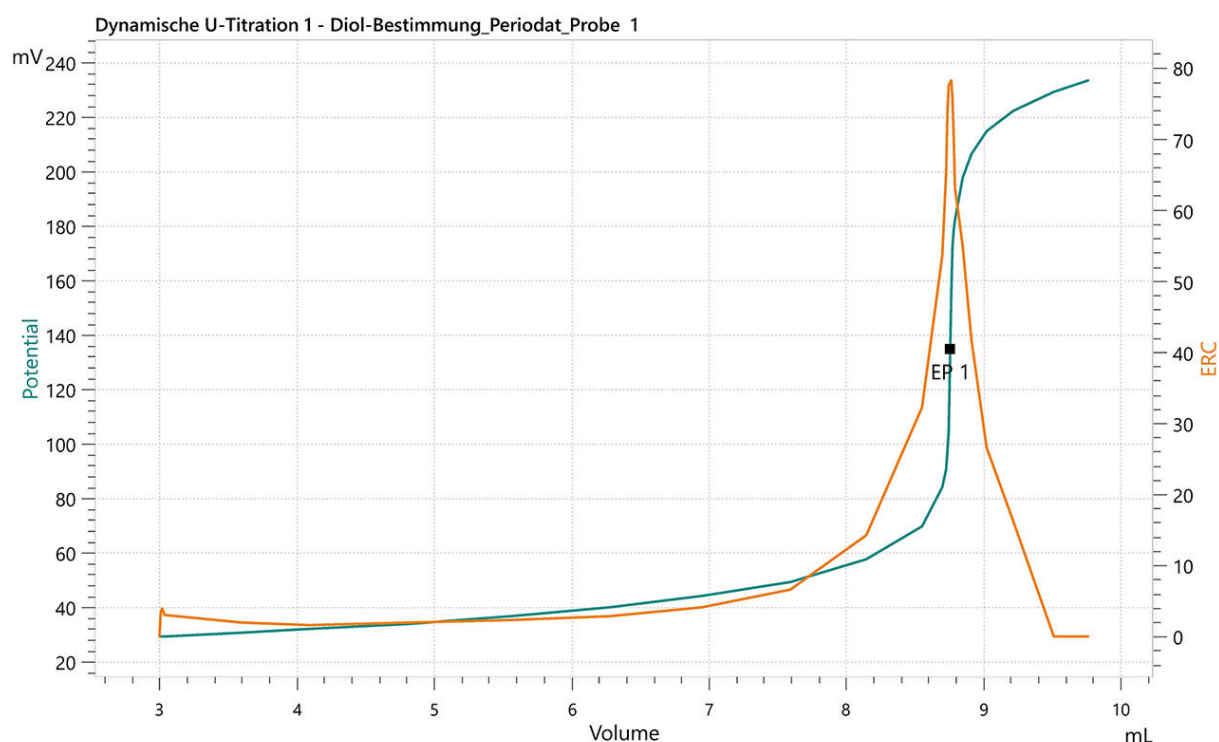


Figure 2. Curva esemplificativa della determinazione dei dioli nel mannitolo.

CONCLUSIONE

I titolatori automatici Metrohm possono essere molto utili per determinare il contenuto di 1,2-diolo mediante titolazione iodometrica. Questi titolatori sono progettati per automatizzare il processo di titolazione e fornire risultati accurati e precisi. Hanno

anche la capacità di eseguire titolazioni multiple in un breve periodo di tempo e di controllare e monitorare l'intero processo di titolazione, compresa l'aggiunta di reagenti, misurazioni e rilevamento del punto finale. Nel complesso, l'uso di titolatori automatici di

Metrohm può migliorare l'efficienza e l'accuratezza della determinazione di 1,2-dioli mediante titolazione iodometrica e può essere uno strumento utile per il

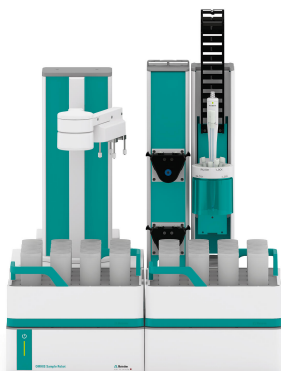
controllo di qualità nell'industria farmaceutica e alimentare.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S con un modulo pompa "peristaltico" (2 canali) e un modulo Pick&Place nonché numerosi accessori per accedere direttamente alla titolazione completamente automatizzata. Il sistema, in due rack dei campioni, offre spazio per 32 beaker per campioni da 120 mL. Questo sistema modulare viene fornito completamente montato e può pertanto essere messo in esercizio in tempi brevissimi.

Su richiesta il sistema può essere ampliato con ulteriori due pompe peristaltiche nonché con un'ulteriore modulo Pick&Place e raddoppiare così il passaggio. Se dovessero essere necessarie ulteriori stazioni di lavoro, questo Sample Robot può essere ampliato fino a un OMNIS Sample Robot della dimensione L, in modo che i campioni da sette rack su max. quattro moduli Pick&Place possano essere lavorati parallelamente quadruplicando il passaggio dei campioni.