

**Simpósio de Alimentos do Instituto Adolfo Lutz**  
**"Segurança alimentar, nutricional e perspectivas de ações de vigilância"**

QA-3/1 **VALIDAÇÃO DO MÉTODO IODOMÉTRICO PARA DETERMINAÇÃO DO ÁCIDO ASCÓRBICO E CÁLCULO DA ESTIMATIVA DA INCERTEZA DA MEDIÇÃO**

Autores: Jerônimo M(1); Batistuti JP(2); Santos CCM(3); Hojo O(4); Lorenzetti JA(5); Pastre IA(6); Fertonani FL(6)

1- UFTM - Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, MG, Brasil 2- UNESP - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Araraquara, SP, Brasil 3- IAL- Instituto Adolfo Lutz - Centro de Laboratório Regional de São José do Rio Preto, SP, Brasil 4- UNESP - Instituto de Química, Araraquara, SP, Brasil 5- OIKOS Controle Ambiental, Pirassununga, SP, Brasil 6- UNESP - IBILCE, DQCA - São José do Rio Preto, SP, Brasil

### Resumo

**Introdução:** O termo vitamina, originária da expressão vital amin, foi utilizado para se referir as certas substâncias alimentares imprescindíveis à saúde. Albert von Szent-Gyorgyi (1928) descobriu e isolou o fator antiescorbútico em vários alimentos, denominando-o vitamina C ou ácido ascórbico (AA). Foi popularizado (1970) por Linus Pauling (Nobel), que recomendava megadoses para combater doenças comuns, degenerativas e na prevenção do câncer. **Objetivo:** Conferir uma abordagem metrológica do método iodométrico, (estequiométrico), descrito na USP, para determinação de AA em suco de laranja industrial concentrado (SL), atendendo aos requisitos da ABNT-NBR-ISO-IEC-17025:2005, agregando confiança e valor ao resultado. **Material e Método:** O método baseia-se na oxidação do AA pelo iodato de potássio e é aplicado em alimentos in natura ou enriquecidos. Para a validação foram ensaiados: faixa linear (FL) de 1 a 125 mg de AA; faixa de trabalho (FT); LD; LQ; precisão,  $sn=10$ ; precisão por repetição (PR) sr, ensaio de robustez pelo método de Younden-Steiner, considerando efeito de sete variáveis; e recuperação. **Resultados:** Para linearidade verificou-se um excelente valor para a correlação linear,  $r = 0,99999$  ( $r^{30,995}$ , segundo guia EURACHEM). A FT estendeu-se pelo intervalo de (10,01 £ mAAdet. £ 126,08) mg. Os valores de  $\pm s/x$  como função da mAAdet., ofereceu evidência objetiva do valor do limite inferior para a FT tomando-se a concentração limite a partir da precisão esperada ( $\pm s/x = 0,031$ ). Os valores de LD e LQ foram calculados pelas equações:  $LD = (x+3s)/S = 0,59$  mg de AA; e  $LQ = (x+10s)/S = 1,31$  mg de AA, para  $n=10$ = número de repetição/ponto; e  $p=17$ = número total de pontos da curva, sendo:  $x$ = média dos valores de mAA;  $s$ = estimativa do desvio padrão da média de mAA, determinado no branco e  $S$ = sensibilidade. A precisão,  $s = \pm 0,11$ ; ( $n=10$ ) obtida pelo teste de Grubs. A reprodutibilidade, determinada em dias diferentes, foi obtida dos valores da estimativa do desvio padrão da média das concentrações efetivas ( $\pm s/sr$ ), para dez repetições ( $n= 10$ ), como função da concentração efetiva. A exatidão foi avaliada e expressa como incerteza genérica. **Conclusão:** O método iodométrico foi validado conforme guia EURACHEM apresentando-se: sensível; linear em toda a faixa de massas de AA investigadas; com FT compreendendo (10,01 £ mAAdet.£ 126,08) mg para um valor de  $I_{específica} = \pm 0,031$ ; preciso ( $sn=10: \pm 0,11$ ;  $sr p=17, n=10: 0,56$ ); exato (recuperação: 99,43.£ R% £; 102,05); robusto apresentando  $LD = 0,59$ ; e  $LQ = 1,31$  mg de AA.