



X Congresso Brasileiro de Engenharia Química Iniciação Científica

“Influência da pesquisa em Engenharia Química no desenvolvimento tecnológico e industrial brasileiro”

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Universidade Severino Sombra
Vassouras – RJ – Brasil

SOLUBILIDADE DA VITAMINA E EM MISTURA ETANOL+ÁGUA

OLIVEIRA¹, F.; FONSECA^{*2}, L. G.; SILVA³, C. V.; PIRES⁴, R. F.; MALAGONI⁵, R. A.

¹ Discente de Iniciação Científica do Curso de Engenharia Química ² Discente de Iniciação Científica do Curso de Engenharia Química ³ Técnica Química da Faculdade de Engenharia Química da UFU/MG ⁴ Professor do Departamento de Engenharia Química do ICTE/UFTM/MG

⁵ Professor da Faculdade de Engenharia Química da UFU/MG
^{1,2,3,5} Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia
Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1K, Campus Santa Mônica, Uberlândia - MG,
CEP 38408-144

⁴ Departamento de Engenharia Química do Instituto de Ciências Tecnológicas e Exatas da
Universidade Federal do Triângulo Mineiro
Av. Doutor Randolpho Borges Júnior, 1250, Bairro Univerdecidade, Uberaba – MG,
CEP 38064-200
e-mail: malagoni@feq.ufu.br

RESUMO - O estudo da solubilidade de compostos orgânicos é importante para indústrias químicas, farmacêuticas e alimentícias. A vitamina E (α -Tocoferol) é solúvel em lipídeos e pouco solúvel em água, portanto, é necessária a adição de um solvente que crie um ambiente onde se tenha um aumento da solubilidade da vitamina E em soluções aquosas. Neste estudo foram feitas diversas diluições de uma solução de etanol+água+vitamina para elaboração da curva de calibração. Estudou-se a solubilidade da vitamina E em etanol+água (25% e 50% etanol em massa) em função da temperatura, que variou de 20 a 36,7°C. O método utilizado consistiu na utilização de uma célula de equilíbrio de vidro borossilicato encamisada e acoplada a um banho termostatizado e a um agitador magnético. Uma barra magnética revestida com teflon foi inserida na célula para promover a mistura da solução por um período de 24 h seguido por 2 h de repouso. Um termopar foi utilizado para mensurar a temperatura da solução. Após o período de equilíbrio, coletaram-se três amostras e realizaram-se as leituras das respectivas absorbâncias em um espectrofotômetro. A partir da média dos dados coletados, obteve-se a solubilidade da vitamina E para o sistema em questão. Os resultados experimentais foram comparados com dados da literatura.

Palavras chave: alfa-tocoferol, lipossolúvel, equilíbrio de fases.

INTRODUÇÃO

A vitamina E é um composto orgânico lipossolúvel que apresenta oito diferentes formas, α -, β -, γ - e δ -tocoferóis e α -, β -, γ - e δ -

* Bolsista de Iniciação Científica PIBITI/CNPq/UFU

tocotrienóis (Zingg, 2007). Nesse trabalho, a forma utilizada da vitamina E foi o α -tocoferol, que é o composto mais bioativo, sendo considerado o mais potente antioxidante entre as substâncias lipossolúveis (Di Mascio *et al.*, 1991). Por seu forte potencial antioxidante, a vitamina E é muito utilizada na indústria alimentícia e ela tem grande importância para a saúde humana, ajudando na prevenção de doenças como o câncer e o mal de Parkinson. Também existem diversos estudos que relacionam a deficiência da vitamina E na dieta de cães com sinais clínicos, como cegueira e perda da visão (Terrasa *et al.*, 2008).

A molécula de α -tocoferol é composta por uma extensa cadeia carbônica, na qual estão presentes um grupo éter e um grupo fenol. Apesar de estes grupos serem capazes de formar ligações de hidrogênio com a água, o considerável tamanho da cadeia carbônica faz com que a molécula tenha caráter apolar, sendo, portanto, hidrofóbica. A Figura 1 mostra a estrutura molecular dessa vitamina.

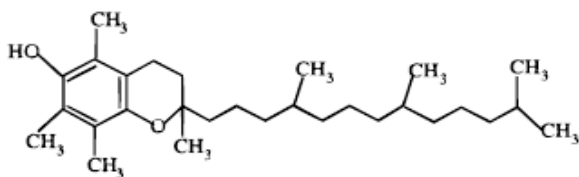


Figura 1 – Fórmula estrutural da vitamina E.

Por ser lipossolúvel, a solubilidade da vitamina E em água é muito pequena, mas a adição do etanol como co-solvente cria um ambiente onde se tem um aumento da solubilidade da vitamina. No trabalho de Dubbs e Gupta (1998), verifica-se que em uma mistura aquosa com 70% de etanol em massa, a solubilidade da vitamina E aumenta 450 vezes e, no trabalho de Oliveira *et al.* (2013), foi observado que uma solução contendo 25 % de etanol em massa sofre oscilações consideráveis na solubilidade da vitamina E com a variação da temperatura.

Neste trabalho foram feitas soluções aquosas com 25% e 50% de etanol em massa e estudou-se a solubilidade da vitamina E nas temperaturas de 20, 33 e 36,7°C. Os objetivos deste estudo consistiram em avaliar os efeitos das variáveis quantidade de etanol e

temperatura sobre a solubilidade da vitamina E.

MATERIAL E MÉTODOS

Procedimento Experimental e Reagentes

Foi utilizada uma célula de equilíbrio de vidro borossilicato, encamisada e com capacidade de 40 mL nos experimentos de solubilidade.

Um banho termostatizado (Marconi, MA-184) foi o responsável por manter a temperatura do sistema constante. O uso de um agitador magnético (IKA, RH D-KT/C) e de uma barra magnética (1,512 cm de comprimento e 0,607 cm de diâmetro) revestida com teflon, proporcionaram a homogeneização da mistura durante um período de 24 h de agitação, seguido por 2 h de repouso. Os tempos de agitação e repouso foram definidos através de experimentos anteriores a este trabalho.

O procedimento experimental foi o mesmo para cada uma das soluções estudadas (25% e 50% m/m de etanol). Primeiro, colocava-se na célula de equilíbrio a vitamina E em excesso e em seguida a solução de etanol+água. A verificação da temperatura foi realizada com o uso de um termopar calibrado acoplado a um indicador de temperatura (Full Gauge Controls, TIC 17RGTi). Este termopar foi inserido na célula de forma a acompanhar a temperatura da solução durante todo o experimento. A temperatura média do experimento é reportada na Seção Resultados e Discussão.

Para cada uma das condições estudadas foram retiradas três amostras de solução saturada de vitamina E, e as respectivas absorbâncias foram medidas em seguida, com o uso de um espectrofotômetro (T60, UV-Spectrophotometer-PG Instruments). O comprimento de onda utilizado foi o de 291,6 nm, o mesmo utilizado por Dubbs e Gupta (1998).

Os reagentes utilizados estão especificados na Tabela 1.

Tabela 1 – Reagentes utilizados no estudo da solubilidade da vitamina E

Substância/Fabricante	Pureza
-----------------------	--------

Etanol/Vetec	95,0%
Vitamina E/Sigma	99,9%
Água bi- destilada e deionizada	-

Unidade Experimental

A unidade experimental utilizada está representada na Figura 2.



Figura 2 – Unidade Experimental.

Na Figura 2, é possível observar que (1) é a célula de equilíbrio; (2) o banho termostaticado; (3) o agitador magnético; (4) barra magnética; (5) indicador de temperatura e (6) rolha de tecnyl que suporta o termopar.

Curva de Calibração

Para obter as concentrações de vitamina E presentes em cada experimento por meio da absorbância foi necessária a construção de duas curvas de calibração, sendo uma usada para a solução com 25% m/m de etanol, e outra usada para a solução com 50% m/m de etanol.

Curva 25% de etanol: Preparou-se uma solução contendo 25 g de etanol, 75 g de água e 0,0502 g de vitamina E. Em seguida foram feitas diluições utilizando uma solução com 25 g de etanol e 75 g de água. As absorbâncias das diluições foram medidas e a concentração de vitamina E em cada diluição foi calculada.

Curva 50% de etanol: Preparou-se uma solução contendo 50 g de etanol, 50 g de água e 0,0685 g de vitamina E. Em seguida foram feitas diluições utilizando uma solução com 50 g de etanol e 50 g de água. As absorbâncias

das diluições foram medidas e a concentração de vitamina E em cada diluição foi calculada.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Experimentos com 25% m/m de etanol

A Tabela 2 mostra os dados da curva de calibração utilizada para calcular as concentrações de vitamina E nos ensaios de solubilidade das soluções com 25% m/m de etanol, sendo vit a abreviação de vitamina e sc a de solução.

Tabela 2 – Dados da curva de calibração da solução de 25%

Solução concentrada (%)	Solubilidade $\times 10^6$ (g vit/g sc)	Absorbância
0,5	2,508	0,071
1,0	5,018	0,110
2,5	12,54	0,180
5,0	25,08	0,397
7,5	37,62	0,575
10,0	50,16	0,853
11,5	57,70	0,967

A Figura 3 apresenta a curva de calibração construída para a solução de 25% m/m.

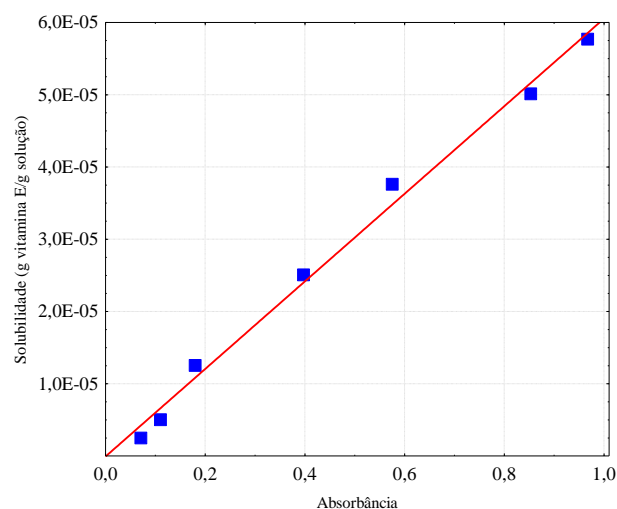


Figura 3 – Curva de calibração para solução 25% de etanol

A curva de calibração obtida apresentou um coeficiente de correlação quadrático de 0,9929, e a Equação 1 representa a

solubilidade (S) da vitamina E em função da absorbância (A) para a solução de 25% m/m.

$$S = -6,947 \times 10^{-8} + 6,061 \times 10^{-5} A \quad (1)$$

Ao se medir as absorbâncias (A) foram obtidos alguns valores superiores a uma unidade e, portanto, fora do intervalo compreendido pela curva de calibração. Por isso foi necessário fazer uma diluição com a solução branca (25% m/m de etanol e 75% m/m de água).

A Tabela 3 apresenta as absorbâncias obtidas para cada experimento, nas temperaturas de 20, 33 e 36,7°C, e a Tabela 4 mostra os resultados de solubilidade em função da temperatura.

Tabela 3 – Absorbâncias em função da temperatura para os experimentos a 25% de etanol.

$T \pm \delta$ (°C)	$A \pm \sigma$	$A \pm \sigma$ (após diluição)	Fator de diluição
20,0±0,2	1,978±0,041	0,079±0,011	1:10
33,0±0,1	0,469±0,055	-	-
36,7±0,1	1,672±0,054	0,193±0,010	1:10

Tabela 4 – Solubilidade da vitamina E em função da temperatura a 25% de etanol.

$T \pm \delta$ (°C)	$S_{exp} \times 10^5$ (g vit/g sç)
20,0±0,2	4,719±0,700
33,0±0,1	2,836±0,300
36,7±0,1	11,629±0,600

Experimentos com 50% m/m de etanol

A Tabela 5 apresenta os dados da curva de calibração usada para calcular as concentrações de vitamina E nos experimentos das soluções com 50 % m/m de etanol.

Tabela 5 – Dados da curva de calibração da solução - 50% etanol.

Solução concentrada (%)	Solubilidade $\times 10^6$ (g vit/g sç)	Absorbância
1	6,845	0,040
1,5	10	0,075
7,5	51	0,378
10	68	0,427
12,5	86	0,526
15	103	0,606

17,5	120	0,744
20	137	0,828
21,5	147	0,901
22	151	0,934

O coeficiente de correlação quadrático da curva de calibração foi de 0,9954. A Equação 2 mostra a solubilidade (S) da vitamina E em função da absorbância (A) para a solução de 50% m/m; a curva de calibração está representada na Figura 4.

$$S = -2,553 \times 10^{-6} + 2 \times 10^{-4} A \quad (2)$$

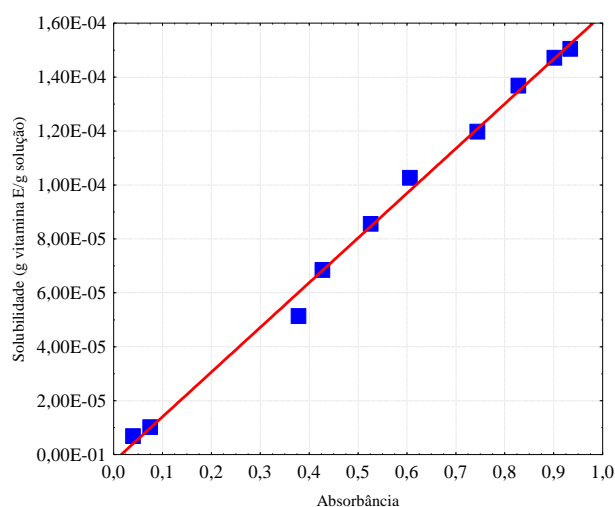


Figura 4 – Curva de calibração para solução 50% etanol.

Assim como nos experimentos de 25% m/m de etanol, foram medidas as absorbâncias de três amostras para cada temperatura; depois foi calculada a média, o que permitiu encontrar a concentração média de vitamina E presente em cada solução.

Novamente algumas absorbâncias apresentaram valores superiores aos compreendidos pela curva de calibração, sendo necessária uma diluição utilizando a solução branca, que, no caso destes experimentos, foi uma mistura de solventes contendo 50% m/m de água e 50% m/m de etanol.

A Tabela 6 apresenta as absorbâncias obtidas para cada experimento, nas temperaturas de 20, 33 e 36,7°C, e a Tabela 7 mostra os resultados de solubilidade em função da temperatura.

Tabela 6 – Absorbâncias em função da temperatura para os experimentos com 50% de etanol.

$T \pm \delta$ (°C)	$A \pm \sigma$	$A \pm \sigma$ (após diluição)	Fator de diluição
20,0±0,1	2,865±0,013	0,477±0,032	1:10
33,0±0,3	3,624±0,395	0,708±0,080	1:10
36,7±0,1	3,507±0,085	0,624±0,085	1:10

Tabela 7 – Solubilidade da vitamina E em função da temperatura para os experimentos com 50% de etanol.

$T \pm \delta$ (°C)	$S_{exp} \times 10^4$ (g vit/g sç)
20,0±0,1	9,285 ± 0,640
33,0±0,3	13,905 ± 1,600
36,7±0,1	12,585 ± 1,080

No trabalho de Dubbs e Gupta (1998), os experimentos foram realizados com diversas frações mássicas de etanol para a temperatura de 33°C. A Tabela 8 compara os dados obtidos neste trabalho com os dados encontrados na literatura (Dubbs e Gupta, 1998).

Tabela 8 – Resultados de solubilidade e dados da literatura para a temperatura de 33°C em função da fração mássica de etanol.

$T \pm \delta$ (°C)	w	$S_{exp} \times 10^5$ (g vit/g sç)	$S_{lit} \times 10^5$ (g vit/g sç)
33,0	0,20	-	10,3
33,0±0,1	0,25	2,836±0,300	-
33,0	0,30	-	27,2
33,0	0,48	-	54,8
33,0±0,3	0,50	139,050±16,000	-
33,0	0,52	-	73,6

CONCLUSÃO

Analisando os dados obtidos neste trabalho verifica-se que a concentração de etanol exerce uma grande influência sobre a solubilidade da vitamina E. As soluções com 50% de etanol apresentaram solubilidades maiores que as das soluções com 25% de etanol, para todas as temperaturas estudadas.

Já em relação à temperatura, não foi possível definir um comportamento padrão. Nos experimentos com 25% de etanol, a solubilidade da vitamina E oscilou consideravelmente com a temperatura, tendo

seu valor mais alto na temperatura de 36,7 °C, a mesma do corpo humano e a mais alta dentre as analisadas neste estudo.

Quando comparados os dados obtidos nesse trabalho com os dados disponíveis na literatura observa-se que, para uma temperatura de 33°C, a solubilidade obtida nesse estudo para uma solução com 25% de etanol foi menor que a solubilidade reportada na literatura para uma solução com 20% de etanol. Já a solução de 50% apresentou uma solubilidade maior do que as das soluções com 48 e 52% de etanol. Essa discrepância aponta que os tempos necessários de agitação e repouso podem ser diferentes para cada concentração de etanol.

Não se pode afirmar que a solubilidade aumenta com o aumento da temperatura devido a solubilidade na temperatura de 20°C ter sido maior que aquela obtida para a temperatura de 33°C.

Nos experimentos com 50% de etanol, a oscilação da solubilidade da vitamina E com a variação da temperatura foi pequena, e a solubilidade teve seu maior valor em 33° C, e não em 36,7°C como nos experimentos de 25%. Novamente, não se pode afirmar que a solubilidade aumenta com a temperatura, pois o maior valor foi observado em 33°C, e não em 36,7°C que é a temperatura mais alta.

Apesar de não ser possível concluir se a solubilidade aumenta ou diminui com a temperatura, pode-se constatar que a mesma exerce maior influência sobre a solução com 25% de etanol. Mas devido aos poucos pontos experimentais analisados e à pequena faixa de temperatura investigada, não é possível inferir uma tendência da solubilidade em relação à variação da temperatura.

REFERÊNCIAS

- DI MASCIO, P.; MURPHY, M. E.; SIES, H. (1991), "Antioxidant defense systems: the role of carotenoids, tocopherols and thiols." American Journal of Clinical Nutrition 53, 194, 199S-200S.
- DUBBS, M. D.; GUPTA, R. B. (1998), "Solubility of vitamin E (α -tocopherol) and vitamin K₃ (menadione) in ethanol-water mixture". Journal of Chemical and Engineering Data, 43, 590-591.

- OLIVEIRA, F.; FONSECA, L. G.; SILVA, C.V.; PIRES, R. F.; MALAGONI, R. A. (2013) “Influência da temperatura na solubilidade de alfa-tecoferol em etanol+água”. Anais da XVIII Jornada em Engenharia Química, Uberlândia-MG, 1-4.
- TERRASA, A. M.; GUAJARDO, M. H.; MARRA, C. A.; ZAPATA, G. (2008) “ α -Tocopherol protects against oxidative damage to lipids of the rod outer segments of the equine retina”. The Veterinary Journal, 182, 463-468.
- ZINGG, J. M. (2007), “Vitamin E: An overview of major research direction”. Molecular Aspects of Medicine, 28, 400-422.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, pela bolsa de iniciação em desenvolvimento tecnológico e inovação, e também à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia, pelo incentivo à pesquisa e estrutura física oferecida para o desenvolvimento desta pesquisa no Laboratório de Cristalização.