

METODA POTENȚIOMETRICĂ DE DETERMINARE A GRADULUI DE ESTERIFICARE A PECTINEI

S. Meleşco, doctorand, P. Tatarov, dr.hab., prof.univ.

Universitatea Tehnică a Moldovei

INTRODUCERE

Dintre cele mai importante caracteristici fizico-chimice ale compușilor pectinici reprezintă gradul de esterificare. Prin acest indice se determină conținutul grupărilor carboxilice esterificate în structura macromoleculii pectinice [4]. Majoritatea proprietăților fizico-chimice și tehnologice ale pectinelor depind de gradul de esterificare. Cazul în care grupările carboxilice sunt esterificate cu alcool metilic pectinele se numesc metoxilate [1].

În prezent pentru determinarea gradului de metoxilare ale pectinelor se folosește metoda titrabilă GOST 29059-91 [5].

Metoda titrabilă se bazează pe aprecierea vizuală a punctului de echilibru a procesului de titrare a soluției de pectină cu soluție de NaOH. Ameliorarea preciziei de determinare a punctului de echilibru a procesului de titrare poate fi realizată cu ajutorul metodei potențimetrică prin măsurarea valorii pH.

În scopul ameliorării metodei de determinare a gradului de metoxilare este posibil de exclus indicatorul Hinton și înlocuirea lui prin metoda potențimetrică de titrare.

Scopul cercetărilor noastre constă în elaborarea metodei de determinare a gradului de metoxilare prin metoda potențimetrică.

1. MATERIALE ȘI METODE

Pentru cercetări experimentale s-au utilizat pH-metru HANNA pH211, electrozi de argint și de sticlă (HI 1131), agitator magnetic, celula electrochimică termostatabilă cu volum de 250 ml. Pectină SF580, pectină AMO 780, indicator Hinton (compus din trei indicatori: albastru de bromtimol, roșu de crezol și roșu de fenol), soluție de 0,1 n NaOH, 0,05 n NaOH, 0,1 n HCl, alcool etilic de 96%, apă distilată.

1.1. Principiul metodei standard

Gradul de metoxilare a pectinei (%) se stabilește prin raportul volumului de NaOH, care se

utilizează pentru determinarea grupărilor –COOH și –COOCH₃. Determinarea grupărilor –COOH se efectuează prin titrarea soluției de pectină cu NaOH în prezența indicatorului Hinton.

În urma rezultatelor obținute a fost calculat gradul de metoxilare utilizând următoarele relații: –conținutul grupărilor carboxilice în moleculele pectinei:

$$K_c = \frac{V_1}{G_1} * 0.45 \quad (1)$$

unde: K_c - este cantitatea grupărilor carboxilice, %; V₁ – volumul soluției NaOH 0,1n folosite pentru titrare, cm³;

G₁ – masa probei de pectină luată pentru analiză, g;

0,45 – coeficient, cantitatea de grupări –COOH (1,0 cm³ de NaOH corespunde 0,0045 g de grupări –COOH a pectinei prin titrare) [8].

–volumul de soluție NaOH, care a fost utilizat la a doua titrare (V₂), corespunde cantității grupărilor esterificate (K_e) în proba analizată de pectină și se calculează astfel:

$$K_e = \frac{V_2}{G_1} * 0.45 \quad (2)$$

unde: K_e - conținutul grupărilor esterificate sau metoxilate, %;

V₂ – volumul de soluție NaOH 0,1 mol/l utilizat pentru a doua titrare, ml ;

G₁ – masa probei de pectină, g.

–gradul de metoxilare al pectinei se calculează astfel:

$$M_e = \frac{K_e}{K_t} * 100 \quad (3)$$

unde: M_e – gradul de metoxilare al pectinei, %.

1.2. Principiul metodei potențimetrică

Determinarea grupărilor carboxilice libere în structura macromoleculii pectinice se determină prin măsurarea valorii pH a soluției de pectină în

procesul de titrare cu soluția de NaOH. Punctul de neutralizare a grupărilor $-\text{COOH}$ se atinge la valoarea $\text{pH}=8,1$ (Fig.1). Volumul soluției NaOH folosite pentru titrare se folosește pentru calcularea gradului de metoxilare a pectinei.

În celula electrochimică se introduc 100 ml soluție de pectină cu concentrația 0,3...0,5%. Prin agitare permanentă soluția de pectină se titrează cu soluție de 0,05n NaOH până la valoarea $\text{pH}=8,1$. Apoi în soluție se introduc 50 ml sol 0,1n NaOH pentru saponificare și se lasă timp de 60 min. Apoi se introduc 50 ml 0,1n HCl și se titrează potențiomtric cu NaOH 0,05n până la valoarea $\text{pH}=8,1$.

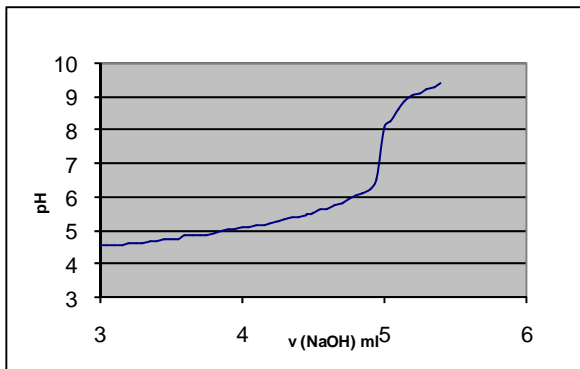


Figura 1. Curba de titrare a soluției de pectină cu NaOH.

2. ANALIZA REZULTATELOR ȘI COMENTARII

Metoda potențiomtrică prevede înlocuirea indicatorului Hinton prin măsurarea valorii pH potențiomtric.

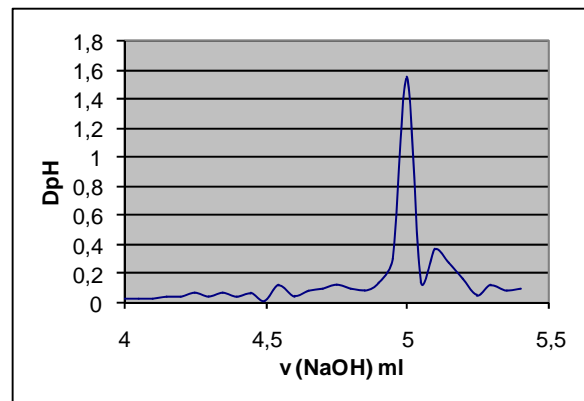


Figura 2. Variația valorii ΔpH în dependență de volumul NaOH.

În urma determinărilor experimentale, gradul de metoxilare se determină cu ajutorul relațiilor (1, 2, 3). Din motiv că la titrare se utilizează NaOH de 0,05n, în formula 1 și 2 volumul NaOH utilizat la titrare se împarte la 2.

Pentru a determina precizia metodelor experimentale s-au efectuat analize comparative a gradului de metoxilare a pectinei determinate prin metoda standard și metoda elaborată.

Precizia determinării gradului de metoxilare s-a calculat prin prelucrarea statistică a rezultatelor, au fost calculate abaterea standard, eroarea medie de sondaj și limitele de încredere pentru ambele metode de determinare a gradului de metoxilare a pectinei.

Prin urmare a fost constatat că valorile medii a gradului de metoxilare determinate prin metoda standard și metoda elaborată, pentru pectina SF 580, variază în limitele 54,16-52,68% (tabelul 1).

Tabelul 1. Rezultatele obținute la determinarea gradului de esterificare a pectinei SF580.

	Metoda de determinare	Nº probei	Gradul de metoxilare %	Grad de metoxilare med %	Abaterea standard	Eroare medie de sondaj	Limita de încredere
1	Potențiomtrică	1	54,21	54,16	0,182	0,105	54,16±0,105
		2	54,36				54,16±0,210
		3	53,92				54,16±0,316
2	Standard	1	52,68	52,68	0	0	52,68±0
		2	52,68				
		3	52,68				

Tabelul 2. Rezultatele obținute la determinarea gradului de esterificare a pectinei AMO 780.

	Metoda de determinare	Nº probei	Gradul de metoxilare %	Grad de metoxilare med %	Abaterea standard	Eroare medie de sondaj	Limita de încredere
1	Potențiomtrică	1	61,97	61,97	0	0	61,97±0
		2	61,97				
		3	61,97				
2	Standard	1	62,3	62,4	0,0816	0,047	62,4±0,047
		2	62,4				62,4±0,094
		3	62,5				62,4±0,141

Tabelul 3. Determinarea erorii limită pentru rezultatele metodei potențiomtrice față de rezultatele metodei standart pentru pectina SF580 și pectina AMO 780.

Tip pectina	Metoda de determinare	Gradul de metoxilare %	Abatererea %	Eroarea
SF580	Standartizată	52,68	1,48	±2,7%
	Potențiomtrică	54,16		
AMO 780	Standartizată	62,40	0,43	±0,689%
	Potențiomtrică	61,97		

Eroarea între rezultatele obținute nu depășește ±2,7% (tabelul 3).

Cercetările efectuate pe baza pectinei AMO 780 cu grad de metoxilare 61,97-62,4% a demonstrat că eroarea între rezultatele obținute nu depășește ±0,689% (tabelul 3).

În urma analizei pectinelor cu diferit grad de metoxilare s-a constatat că cu majorarea gradului de metoxilare eroarea între rezultatele determinărilor scade de la ±2,7% la ±0,689%.

Prin urmare metoda elaborată permite de a determina gradul de metoxilare a pectinei cu eroarea care nu depășește 2,7%.

În comparație cu metoda standardizată metoda elaborată este mai simplă, fără utilizarea indicatorului Hinton. Durata determinării a gradului de metoxilare constituie pînă la 2 ore pentru metoda standard și metoda elaborată.

Necesitatea determinării gradului de metoxilare a pectinei este legată de utilizarea lui în procesele fizico-chimice de interacțiune între proteinele hidrosolubile și soluțiile de pectină.

3. CONCLUZII

1. Precizia determinării gradului de metoxilare a diferitelor tipuri de pectină este satisfăcătoare. Eroarea medie nu depășește ±3,0%.

2. Metoda potențiomtrică de determinare a gradului de metoxilare a pectinei poate fi folosită în cercetări științifice.

Bibliografie

1. **Bratan L.**, Utilizarea substanțelor pectinice în obținerea suplimentelor alimentare vegetale. Autoreferatul tezei de doctor în tehnică. Chișinău 2005.

2. **Carpovici N.**, Pectina. Producere și utilizare. Kiev, pag. 15. 1989.

3. **Doncenco L.**, Proprietățile substanțelor pectinice. Kiev 1992.

4. **Golubev V., Șeluhina N.**, Pectină: chimia, tehnologia, utilizarea. Moscova 1995.

5. **GOST 29059-91** «Produse obținute prin prelucrarea fructelor și legumelor. Metoda titrimetrică de determinare a pectinei», Elaborat și implimentat de către Institutul de cercetări științifice și proiectări tehnologice în domeniul prelucrării fructelor și poamei de viță de vie și CT 93 «Produse obținute la prelucrarea fructelor și legumelor».

6. **Meurens M.**, Les substances pectiques dans la technologie des jus de pommes. „Revue de fermentations et des industries alimentaires” 1978 v.33 №3, pag. 67-75.

7. **Tatarov P., Sandulachi E.** CHIMIA ALIMENTARĂ. Îndrumar metodic U.T.M. Chișinău, pag. 26-30. 2007.

Recomandat spre publicare: 19.07.2011