Application Note AN-K-075

Análisis de la humedad del rebaudiósido M mediante titulación de Karl Fischer.

Determinación simplificada de la humedad del rebaudiósido M mediante titulación volumétrica de Karl Fischer acoplada a un sistema de horno.

Los edulcorantes naturales como la stevia y sus derivados son una parte cada vez más importante del mercado mundial de edulcorantes, ya que cada vez más consumidores sustituyen el azúcar por alternativas más saludables. Los derivados de la stevia son significativamente más dulces que el azúcar de mesa. Se estima que estos compuestos son entre 50 y 300 veces más dulces en comparación. Este sabor dulce junto con el hecho de que el cuerpo humano no puede metabolizar los glucósidos de esteviol (es decir, contribuyen) Al no aportar calorías a la dieta, se convierten en un sustituto del azúcar muy atractivo.

El contenido de humedad de los materiales de stevia es un factor crucial a la hora de hablar de su vida útil y estabilidad. La medición del contenido de humedad de un derivado de la estevia, el rebaudiósido M, utilizando un sistema de horno acoplado a una titulación volumétrica de Karl Fischer (KF), proporcionó un método reproducible para cuantificar el contenido de humedad de este material.

MUESTRA Y PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Para este estudio se utilizó polvo de rebaudiósido M. No se requiere preparación de la muestra.

EXPERIMENTO

El análisis se realizó con un electrodo de anillo doble de Pt para volumetría (6,00346,100). Las pruebas se realizaron en el procesador de muestras de horno 874 (2.874.0120) acoplado a un Titrando 852 (2.852.0060).
Se pesaron aproximadamente 0,2 g de muestra en un vial de 6 ml del procesador de muestras para horno 874 y se colocó en el soporte. El horno se ajustó a una temperatura de 100 °C, y la humedad evaporada se transportó al recipiente de titulación volumétrica mediante un flujo de gas nitrógeno a 70 mL/min. La humedad de la muestra se tituló con el reactivo Hydranal Comp 5.

RESULTADOS

Los resultados se registran en Figura 1, Figura 2, y Tabla 1.

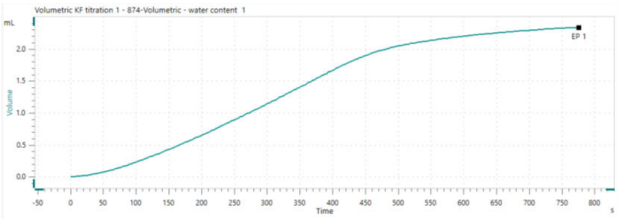

Figure 1. Ejemplo de curva de titulación volumétrica de KF para rebaudiósido M.

Se realizó un gradiente de temperatura y se demostró que las condiciones de temperatura ideales para la muestra de rebaudiósido M estaban en un rango de ~80–210 °C (Figura 2). Se seleccionó una temperatura de 100 °C para asegurar que la humedad se transportara desde la muestra al recipiente de titulación, minimizando al mismo tiempo el posible impacto de la temperatura en la muestra. Las muestras se analizaron por triplicado para demostrar la robustez del método.

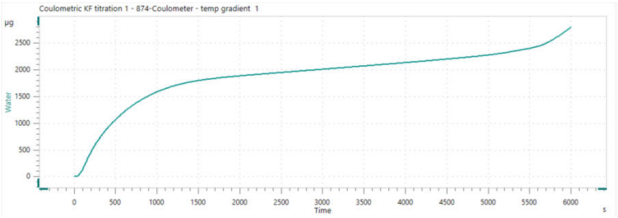

Figure 2. Gradiente de temperatura para el polvo de rebaudiósido M que demuestra el rango de temperatura de funcionamiento óptimo.

Tabla 1. Resultados para todas las muestras de rebaudiósido M (n = 3) evaluadas para contenido de humedad utilizando el procesador de muestras de horno 874 acoplado con KF volumétrico.

Resultado 1 (% p/p)	Resultado 2 (% p/p)	Resultado 3 (% p/p)	Significar (% p/p)	%RSD
4,42	4,61	4,60	4,54	2,32
4,31	4,44	4,55	4,43	2,66
9,11	9,32	8,96	9,13	1,96

CONCLUSIÓN

Los edulcorantes naturales bajos en calorías, como los derivados de la stevia, están ganando popularidad a medida que la gente opta por alternativas más saludables al azúcar. Trabajar en el desarrollo de una metodología estandarizada y específica puede ayudar a respaldar el desarrollo de la industria de los edulcorantes, una evaluación de calidad eficaz y la evaluación de la estabilidad del rebaudiósido M y otros glucósidos de esteviol.

Esta nota de aplicación proporciona una base para el análisis del polvo de stevia mediante la titulación de Karl Fischer. Un sistema de horno combinado con el análisis volumétrico de Karl Fischer proporciona un método preciso y reproducible para evaluar el polvo de stevia y sus derivados. La compatibilidad de este método con el procesador de muestras para horno 874 permite aumentar el rendimiento de las muestras mediante la automatización, lo que proporciona a los operadores aún más tiempo para completar otras tareas importantes en paralelo.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid
mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN

874 Oven Sample Processor

El 874 Oven Sample Processor sirve para la preparación térmica y automatizada de muestras en la titulación Karl Fischer. El método del horno es adecuado sobre todo para muestras cuyo contenido de agua se desprende solo a altas temperaturas, para muestras difícilmente solubles y para aquellas que reaccionan con un reactivo KF.

852 Titrando con Touch Control y electrodo generador con diafragma

Coulómetro, incluido electrodo generador con diafragma, Touch Control, 801 Stirrer y celda de titulación volumétrica completa.

En el caso de la determinación del contenido de agua a nivel de trazas (de 10 µg a 10 mg de agua absoluta), la coulometría es el método ideal para la determinación del contenido de agua en líquidos, materias sólidas y gases. Además, la coulometría es un método absoluto, por lo que la determinación del título no es necesaria.

Gama de medida recomendada para coulometría: 10 µg...200 mg de agua absoluta

Además de la titulación Karl Fischer coulométrica, el 852 Titrando también domina la titulación Karl Fischer volumétrica.

Uso con OMNIS Software, software *tiamo* o Touch Control. Cumple las normativas GMP/GLP y FDA, así como la 21 CFR Parte 11, de ser necesario.

Electrodo de anillo de Pt doble para volumetría

Electrodo indicador para la titulación Karl Fischer, más robusto y fácil de limpiar que el electrodo de varilla de platino convencional (6.0338.100) debido a los dos anillos de platino fundido.