



Application Note AN-K-075

Análise de umidade do rebaudiosídeo M por titulação Karl Fischer

Determinação simplificada de umidade em rebaudiosídeo M por titulação volumétrica de Karl Fischer combinada com um sistema de forno

Adocantes naturais como a estévia e seus derivados são uma parte cada vez mais importante do mercado global de adocantes, à medida que mais consumidores substituem o açúcar por alternativas mais saudáveis. Os derivados da estévia são significativamente mais doces do que o açúcar de mesa. Estima-se que esses compostos sejam de 50 a 300 vezes mais doces em comparação. Esse sabor adocicado, aliado ao fato de que o corpo humano não consegue metabolizar os glicosídeos de esteviol

(ou seja, eles contribuem com zero calorias na dieta), torna-os um substituto do açúcar muito atrativo.

O teor de umidade dos materiais de estévia é um fator crucial quando se discute sua vida útil e estabilidade. A medição do teor de umidade de um derivado de estévia, o rebaudiosídeo M, usando um sistema de forno combinado com titulação volumétrica de Karl Fischer (KF), forneceu uma abordagem repetível para quantificar o teor de umidade desse material.

AMOSTRA E PREPARO DA AMOSTRA

O pó de rebaudiosídeo M foi utilizado para este

estudo. Nenhum preparo de amostra é necessário.

EXPERIMENTAL

A análise foi realizada com um eletrodo de anel duplo de Pt para volumetria (6.00346.100). Os testes foram executados no 874 Oven Sample Processor (2.874.0120), acoplado a um 852 Titrando (2.852.0060).

Aproximadamente 0,2 g de amostra foi pesado em um frasco de 6 mL do 874 Oven Sample Processor e

colocado no rack. O forno foi ajustado para uma temperatura de 100 °C, e a umidade evaporada foi transportada até o vaso de titulação volumétrica por um fluxo de gás nitrogênio de 70 mL/min. A umidade da amostra foi titulada com o reagente Hydranal Comp 5.

RESULTADOS

Os resultados estão registrados na **Figura 1**, na **Figura 2** e na **Tabela 1**.

Um gradiente de temperatura foi realizado e demonstrou que as condições ideais de temperatura para a amostra de rebaudiosídeo M estavam em uma faixa de ~80–210 °C (**Figura 2**). Uma temperatura de 100 °C foi selecionada para garantir que a umidade fosse transportada da amostra até o vaso de titulação, minimizando o possível impacto da temperatura sobre a amostra. As amostras foram analisadas em triplicata para demonstrar a robustez do método.

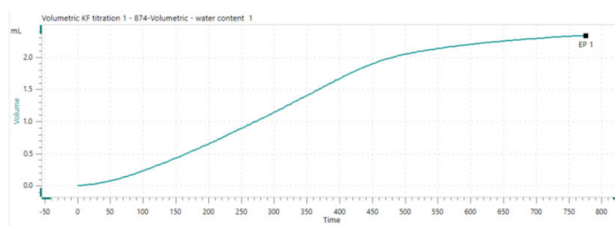


Figura 1. Curva exemplo de titulação volumétrica de KF para rebaudiosídeo M.

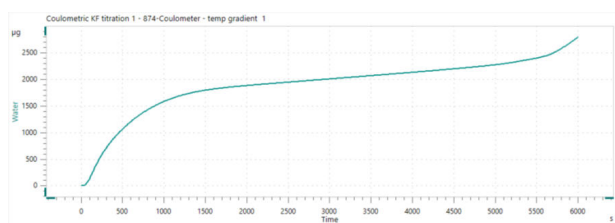


Figura 2. Gradiente de temperatura para o pó de rebaudiosídeo M, demonstrando a faixa ideal de temperatura de operação.

Tabela 1. Resultados para todas as amostras de rebaudiosídeo M (n = 3) avaliadas quanto ao teor de umidade, usando o 874 Oven Sample Processor acoplado à KF volumétrica.

Resultado 1 (%m/m)	Resultado 2 (%m/m)	Resultado 3 (%m/m)	Média (%m/m)	%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

CONCLUSÃO

Adocantes naturais de baixa caloria, como os derivados de estévia, estão crescendo em popularidade à medida que as pessoas escolhem alternativas mais saudáveis ao açúcar. Trabalhar no desenvolvimento de uma metodologia padronizada e específica pode ajudar a apoiar o desenvolvimento da indústria de adocantes, uma avaliação de qualidade eficaz e a avaliação da estabilidade do rebaudiosídeo M e de outros glicosídeos de esteviol. Esta Nota de Aplicação fornece uma base para a

análise de pó de estévia por titulação de Karl Fischer. Um sistema de forno combinado com análise volumétrica de Karl Fischer fornece um método preciso e repetível para avaliar o pó de estévia e seus derivados. A compatibilidade desse método com o 874 Oven Sample Processor permite aumentar a produtividade de amostras por meio da automação, dando aos operadores ainda mais tempo para concluir outras tarefas importantes em paralelo.

CONTACT

Metrohm Portugal
R. Frei Luis de Granada 14G
1500-680 Lisboa

vendas@metrohm.pt

CONFIGURAÇÃO



874 Oven Sample Processor

The 874 Oven Sample Processor is used for automatic thermal sample preparation in Karl Fischer titration. The oven method is particularly suitable for samples that do not release their water until higher temperatures have been reached, for sparingly soluble samples, or those that react with the KF reagent.



852 Titrand with Touch Control and generator electrode with diaphragm

Coulometer including generator electrode with diaphragm, Touch Control, 801 Magnetic Stirrer, and complete volumetric titration cell.

Coulometry is the ideal method for water content determination in liquids, solids, and gases when it comes to water content determination in the trace range (10 µg to 10 mg absolute water). In addition, coulometry is an absolute method and thus no titer determination is necessary.

Recommended coulometry measuring range: 10 µg - 200 mg absolute water

The **852 Titrand** controls not only coulometric, but also volumetric Karl Fischer titration.

For use with OMNIS Software, *tiamo* software, or Touch Control unit. Compliance with GMP/GLP and FDA regulations such as 21 CFR Part 11, if required.



Double Pt ring electrode for volumetry

Indicator electrode for Karl Fischer titration which, thanks to its two fused platinum rings, is more robust and easier to clean than the conventional platinum pin electrode (6.0338.100).