

А. Николовски и В. Калајлиева

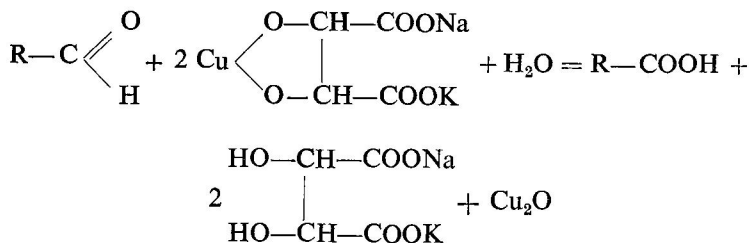
МОДИФИКАЦИЈА НА МЕТОДАТА НА BERTRAND ЗА ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ШЕЌЕРИ ВО РАСТИТЕЛНИ ПРОДУКТИ

Хемиски институт, Природно-математички факултет, Скопје

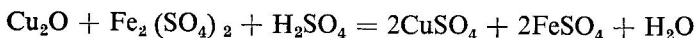
За определувањето на количеството на шеќери во растителни продукти, најчесто се ползува методата на Берtrand (1—4).

Во основа методата го ползува совјството на моносахаридите (алдози и кетози) да го редурицаат двовалентниот бакар од Фелингов виот раствор, во алкална средина, до едновалентен. Покрај директното определување на моносахаридите, методата се ползува и за определување на дисахариди, со тоа што претходно ќе се изврши нивна инверзија со минерална киселина, најчесто хлороводородна.

Екстракцијата на шеќерите од растителни продукти обично се врши со топла вода. На таквиот екстракт се додава Фелингов раствор и при тоа настанува реакцијата:



Добениот талог од бакар (I) оксид се филтрира, испира и потоа се растворува во вишок на железо (III) сулфат во кисела средина:



При тоа Cu (I) се оксидира до Cu (II) а еквивалентно количество од железо (III) сулфат се редуцира до железо (II) сулфат, а железо (II) сулфатот се определува со титрација со стандарден раствор од KMnO_4 .

Сета операција на таложeње, филтрирање и растворување на бакар (I) оксидот треба да се одвива брзо, а талогот треба да е постојано под раствор, за да не се оксидира од воздушниот кислород. И титрацијата на образованиот железо (II) сулфат со KMnO_4 треба да се одвива брзо, затоа што и тој е подложен на оксидација и добиените резултати би биле пониски од вистинските.

Овие околности не наведоа на мисла да се обидеме да ја модифицираме методата на Берtrand.

Модификацијата би се состоела во следното: по редукцијата со Фелингов раствор добиениот талог од бакар (I) оксид се растворува квантитативно во топла азотна киселина и растворот од бакар (II) нитрат се титрира комплексометриски со динатриевата сол на етилендиаминтетраоцетна киселина (AcDTE-комплексон III) (5, 6, 7), при индикатор мурексид. Сите други операции (екстракција, евентуална хидролиза, редукција и тн.) се исти како во методата на Берtrand (1—4).

Со ваквата промена се постигнува побрз тек на анализата и помала е можноста за грешки, бидејќи определувањето на бакарот е директно, а не индиректно преку железо (II) сулфатот. Од друга страна, пак, концентрацијата на растворот од KMnO_4 може да се измени со тек на време, додека растворите на комплексон III си ја зачувуваат концентрацијата долго време непроменета. Накрај, ако определувањето се врши во серија (како што е вообичаено при ваквите анализи), не е можно сите операции (филтрирање, растворување и титрирање на пробите) да се изведат за 10—15 минути, како што бара методата на Берtrand.

Нашата модификација во таа смисла е погодна, затоа што растворот од бакар (II) нитрат е постојан и не е потребно веднаш да се титрира. Воопшто, со ваквата модификација добиени се порепродуцибилни резултати, затоа што можностите за грешки се намалени.

Вака модифицираната метода ја применивме за определување на шеќери во кромид и во тутун, а секако би можела да се да се примени и за определување на шеќери и во други растителни продукти. Количеството на земените примероци за анализа ќе зависи од количеството на шеќер во продуктот кој се анализира. Вообичаено е да количеството на шеќер во екстрактот не е поголемо од 0,25%, најчесто количината на примерокот изнесува 25—50 г во разни плодови, а во тутунот 10 г.

Постапката што следи се однесува за анализа на шеќери во кромид, а секако истата би могла да се примени и за анализа и во друг материјал.

ТЕК НА АНАЛИЗАТА

а) Приготвување на материјалот за анализа.

Добиениот материјал за анализа се исцитнува (со миксер, машина за мелење месо или слично), за да може што подобро да се изврши екстракцијата на шеќерот. Од вака приготвениот материјал се зема средна проба според вообичаените начини.

б) Екстракција на шеќерот.

За екстракција се зема 25 г од приготвениот примерок за анализа, мерен на техничка вага со точност од 0,01 г. Пробата добро се трие во порцеланско аванче со 0,5 г калциум карбонат и квантитативно се пренесува преку инка во одмерна тиквичка од 250 мл, се дополнува со дестилирана вода до $\frac{2}{3}$ од волуменот на тиквичката и се загрева на водена бања на $75\text{--}80^\circ\text{C}$ во тек на 30 минути, откако е постигната температурата. Во тек на загревањето тиквичката се промешува 2—3 пати, потоа брзо се лади (под чешма) до собна температура. Се додава 5—10 мл раствор на олово (II) ацетат (реагенс бр. 1), се промешува и тиквичката се дополнува со дестилирана вода до марката. Се остава талогот да се стаи 5—10 минути, потоа се филтрира низ сув набран филтер во сува чаша. Првите порции од филтратот се исфрлаат, од остатокот се одпипетира 50 мл во тиквичка од 250 мл во која се додава 10 мл раствор на натриум сулфат (реагенс бр. 2). Тиквичката убаво се промешува, се надополнува до марката со дестилирана вода и се филтрира низ сув филтер во сува чаша. Првите порции од филтратот се одстрануваат, а од останатиот дел на филтратот (кој треба да е сосема бистер) се зема:

(а) 25 мл за определување на моносахариди

(б) 50 мл за определување на вкупни шеќери (моно и дисахариди)

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МОНОСАХАРИДИТЕ

Растворот (а) се става во чаша од 250 мл и се додава по 20 мл од растворите Фелинг I и Фелинг II (реагенс бр. 3 и 4). Се промешува и се загрева на решо до вриење. Се остава да врие 3—5 минути (не подолго), се поставува косо талогот да се стави и топло се филтрира. Талогот се испира со топла вода, се додека сината боја од Фелинговиот раствор не се отстрани. Потоа талогот се растворува во жешка азотна киселина (реагенс бр. 5). Киселината што истекува низ филтерот се фаќа и повторно се префрла преку филтерот, додека сиот црвен талог да се раствори, потоа филтерот се испере со дестилирана вода. Добиеениот раствор, кој не треба да има волумен поголем од 50—80 мл, се неутрализира со 2 М амонијак (реагенс бр. 6) се додека растворот да добие сина боја (рН 8). Сега се додава 10 мл 1 М амониум хлорид (реагенс бр. 7) и половина лажичка индикатор мурексид (реагенс бр. 8). При тоа растворот треба да добие жолто зелена боја и се титрира со 0,1 М раствор на Комплексон III (реагенс бр. 9) до промена на бојата во црвено-виолетова.

Пресметнување на резултатите

Првин се врши пресметнување на количината на бакар, по формулацијава:

$$\text{мг Cu} = \text{мл потрошен комплексон III} \times \text{M} \times \text{E} \quad (\text{E}_{\text{Cu}} = 63,54)$$

од добиената вредност за бакар, во таблицата I, се наоѓа соодветната вредност на милиграми на глюкоза. Се пресметнува процентниот содржај на моносахаридите по формулата:

$$\% \text{ моносахариди} = 2 \times \text{најдени грами глюкоза} \times 100$$

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ВКУПНИТЕ ШЕЌЕРИ

Растворот (б) се става во одмерна тиквичка од 100 мл, се загрева на водена бања до 60°C (заедно со контролна тиквичка во која има дестилирана вода и термометар). Откако ќе се постигне оваа температура, се додава 3 мл концентрирана хлороводородна киселина (со специфична тежина 1,19) и се остава на таа температура 8—10 минути. Тиквичката брзо се оладува, се додава 2—3 капки метил рот и со 1 M NaOH (реагенс бр. 10) се неутрализира киселината. Се надополнува со дестилирана вода до марката, се промешува и од така добиениот хидролизат се зема 25 мл во чаша од 250 мл. се додава по 20 мл од рстворите Фелинг I и Фелинг II, се промешува и на решо се загрева до вриење. Се остава да врие 3—5 минути (не подолго). Понатаму постапката е иста како при определувањето на моносахаридите.

Пресметнување на резултатите

$$\text{мг Cu} = \text{мл потрошен комплексон III} \times \text{M} \times \text{E}_{\text{Cu}}$$

$$\% \text{ вкупни шеќери} = 4 \times \text{гр глюкоза} \times 100$$

$$\% \text{ дисахариди} = \% \text{ вкупни шеќери} - \% \text{ моносахариди}$$

ПРИГОТВУВАЊЕ НА РЕАГЕНСИТЕ

Реагенс бр. 1: 600 гр олово (II) ацетат ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) се помешува со 200 гр олово (II) оксид (PbO) и се загрева на водена бања додека да се стопи. Се додава 2 литри дестилирана вода и се загрева на водена бања 6 часа, се остави да се стаи преку ноќ и се филтрира во шише од 2 литри.

Реагенс бр. 2: 165 гр кристален натриум сулфат ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) се раствори во 1 литар дестилирана вода.

Реагенс бр. 3: 40 гр $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ се раствори во 1 литар дестилирана вода.

Реагенс бр. 4: 200 гр калиум-натриум тартарат ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$) и 150 гр NaOH се раствораат и со дестилирана вода се надополни тиквичката до 1 литар.

Реагенс бр. 5: 200 мл концентрирана азотна киселина се разблажува со 800 мл дестилирана вода.

Реагенс бр. 6: 150 мл концентриран амонијак се разблажува со 850 мл дестилирана вода.

Реагенс бр. 7: 57 гр амониум хлорид се раствори во одмерена тиквичка од 1 литар и се надополнува до марката со дестилирана вода.

Реагенс бр. 8: 0,5 гр индикатор мурексид се трие со 100 гр натриум хлорид, додека добро да се хомогенизира.

Реагенс бр. 9: се одмерува на аналитичка вага 18,6125 гр комплексон III, се префрла квантитативно и растворува во тиквичка од 500 мл и со дестилирана вода се надополнува до марката.

Реагенс бр. 10: 40 гр натриум хидорксид се растворува во одмерна тиквичка од 1 литар и до марката се дополнува со дестилирана вода.

Таблица I

За пресметнување на шеќер во милиграми по Бетранд (како глюкоза)

шеќер	бакар	шеќер	бакар	шеќер	бакар	шеќер	бакар
мг	мг	мг	мг	мг	мг	мг	мг
10	20,4	33	64,6	56	105,8	79	144,5
11	22,4	34	65,5	57	107,6	80	146,1
12	24,3	35	68,3	58	109,3	81	147,7
13	26,3	36	70,1	59	111,1	82	149,3
14	28,3	37	72,0	60	112,8	83	150,9
15	30,2	38	73,8	61	114,5	84	152,5
16	32,2	39	75,7	62	116,1	85	154,0
17	34,2	40	77,5	63	117,9	86	155,6
18	36,2	41	79,3	64	119,6	87	157,2
19	38,1	42	81,1	65	121,3	88	158,8
20	40,1	43	82,9	66	123,0	89	160,4
21	42,0	44	84,7	67	124,7	90	162,0
22	43,9	45	86,4	68	126,4	91	163,6
23	45,8	46	88,2	69	128,1	92	165,2
24	47,7	47	90	70	129,8	93	166,7
25	49,6	48	91,8	71	131,4	94	168,3
26	51,5	49	93,6	72	133,1	95	169,9
27	53,4	50	95,4	73	134,7	96	171,5
28	55,3	51	97,1	74	136,3	97	173,3
29	57,2	52	98,9	75	137,9	98	174,6
30	59,1	53	100,6	76	139,6	99	176,2
31	60,9	54	102,3	77	141,2	100	177,8
32	62,8	55	104,1	78	142,8		

ЛИТЕРАТУРА

- 1) Bertrand, G. M., Bull. Soc. Chim. Fr. 35, 1285 (1906).
- 2) Петербургский, В. А., „Практикум по агрохимии”, 108. „СЕЛЬХОЗГИЗ”, Москва, 1954.
- 3) Гюзелев, Г. Л., Бояджиев, Н. Ц., Дедова, Хр. Е., Димитров, Н. П., „Ръководство за производствен и лабораторен контрол на тютюна и тютюневите изделия”, 80. „ТЕХНИКА”, София, 1965.
- 4) Станчев, Л., Гюров, Г., Машев, Н., „Ръководство за химичен анализ на растения, почви и торове”, 66. „ХРИСТО Г. ДАНОВ”, Пловдив, 1968.
- 5) Schwarzenbach, G., „Komplekson Methoden”. „SIEGFRIED, A. G.”, Zofingen, 1948.
- 6) Flaschka, H., Mikrochimica Acta, 39, 391 (1952).
- 7) Schwarzenbach, G., „Die komplexometrische Titration”, 77, „FERDINAND ENKE”, Stuttgart, 1956.

S u m m a r y

The original method of Bertrand for the analysis of reducing sugars in plants is modified by introducing complexometric determination of copper deposited, in the form of Cu_2O from the Fehling solution. This both makes the determination simpler and eliminates many sources of error present in the original method.

Р Е З И М Е

Оригиналната метода на Берtrand за анализа на редукирвани шеќери во растителни продукти, е модифицирана со воведување на комплексометриско определување на бакарот, кој е исталожен од Фелинговиот раствор во форма на Cu_2O . Со ова се постигна, да определувањето биде поедноставно, побрзо и да се одстранат многуте можни извори на грешки, присатни во оригиналната метода.