

# Potenciometrijska karakterizacija interakcije amiloze i oktadecil - trimetil amonijevog bromida

---

**Pavić, Doroteja**

**Undergraduate thesis / Završni rad**

**2014**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, Department of Chemistry / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Odjel za kemiju**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:182:751649>

*Rights / Prava:* [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-11-05**

*Repository / Repozitorij:*

[Repository of the Department of Chemistry, Osijek](#)



Sveučilište J.J. Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Preddiplomski studij kemije

Doroteja Pavić

Potenciometrijska karakterizacija interakcije amiloze i oktadecil – trimetil amonijevog  
bromida

Potentiometric characterisation of amylose and octadecyl – trimethyl ammonium bromide  
interaction

Završni rad

Mentor:

doc. dr. sc. Nikola Sakač

Osijek, 2014.

## **Sažetak**

Tenzidi ili površinski aktivne tvari su bifunkcionalni organski spojevi koji se sastoje od hidrofilnog i hidrofobnog dijela. Koriste se u prehrambenoj (pekarski proizvodi), farmaceutskoj, kemijskoj i sličnim industrijama. Amiloza je esencijalni nerazgranati oblik škroba. Sastoji se od glukoernih jedinica povezanih  $\alpha$ -1,4-glikozidnim vezama koji čine spiralno uvijeni lanac u obliku heliksa. Potenciometrijskom titracijom otopina amiloza (0; 0.1; 0.5; 1; 2 i 4%) s oktadecil-trimetil amonijevim bromidom ( $4 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ ) pratilo se stvaranje inkluzijskog kompleksa promjenom kritične micelarne koncentracije. Kompleks amiloze s OTAB nastaje tako da masni ugljikovodični lanac kationskog tenzida OTAB ulazi u heliks amiloze. Elektrode koje su se koristile tijekom eksperimenta bile su srebro/srebrov klorid (Metrohm) kao referentna elektroda i tenzidno-osjetljiva elektroda s plastificiranom PVC membranom vlastite izradbe.

## **Ključne riječi**

Amiloza, oktadecil-trimetil amonijev bromid, površinski aktivne tvari, potenciometrijska titracija

## **Abstract**

Tensides or surfactants are amphiphilic organic compounds that consist of both hydrophobic and hydrophilic parts. Tenzides are used in food industry (bakery), pharmaceutical industry, chemical industry, etc. Amylose is an essential unbranched form of starch. It is composed of glucose units which are linked with  $\alpha$ -1,4- glucosidic bounds creating a spiral chain in shape of a helix. Potentiometric titration of amylose (0; 0.1; 0.5; 1; 2 and 4%) with octadecyl-trimethyl ammonium bromide ( $4 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ ) was followed by the formation of inclusion complex by changing the critical micellar concentration. In amylose OTAB complex formation mechanism fatty hydrocarbon chain cationic surfactants OTAB enters the amylose helix. The electrodes that were used during the experiment were silver/silver chloride (Metrohm) as the reference electrode and surfactant-sensitive electrodes with plasticized PVC membrane.

## **Key words**

Amylose, octadecyl – trimethyl ammonium bromide, surfactant, potentiometric titration

## Sadržaj

1. Uvod .....	1
2. Literaturni pregled .....	3
2.1. Tenzidi .....	3
2.1.1. Podjela tenzida.....	3
2.1.2. Osobine tenzida .....	4
2.2. Potencimetrija.....	5
2.2.1. Referentne elektrode.....	5
2.2.2. Indikatorske elektrode .....	7
2.3. Direktna potencimetrija .....	8
2.4. Potencimetrijska titracija .....	8
2.4.1. Ionsko selektivne elektrode .....	8
2.5. Amiloza .....	9
3. Eksperimentalni dio .....	11
3.1. Kemikalije .....	11
3.2. Pribor i aparatura .....	11
3.3. Priprema otopina .....	13
3.3.1. Priprema otopine oktadecil-trimetil amonijeva bromida (OTAB), $c=4 \times 10^{-3}$ mol/dm <sup>3</sup> .....	13
3.3.2. Priprema otopine amiloze, $w=0.1 - 4\%$ .....	13
3.4. Postupak .....	13
3.4.1. Standardizacija otopine oktadecil-trimetil amonijeva bromida.....	13
3.4.2. Potencimetrijska karakterizacija interakcije amiloze i oktadecil-trimetil amonijevog bromida.....	13
4. Rezultati i rasprava eksperimentalnog rada.....	14
4.1. Standardizacija otopine kationskog tenzida OTAB s anionskim tenzidom DDS ....	14
4.2. Potencimetrijsko određivanje interakcije amiloze i oktadecil-trimetil amonijevog bromida.....	15
5. Zaključak .....	17
6. Literatura .....	18

## 1. Uvod

Zadatak ovog rada bio je potencijometrijski odrediti stvaranje inkluzijskog kompleksa između amiloze i oktadecil-trimetil amonijevog bromida. Amiloza je nerazgranati oblik škroba čije su glukoze jedinice povezane  $\alpha$ -1,4-glikozidnom vezom. Amiloza može poprimiti oblik slova V i u tom obliku formira lijevu spiralnu uzvojnici. Spiralnu uzvojnici tvori samo kada dolazi u interakcije s ligandom (molekulom). Hidrofobni dio (ugljkovodični lanac od 18 C-atoma) te molekule ulazi u šupljinu uzvojnice, a hidrofilni dio ne dolazi u kontakt s amilozom.

Tenzidi ili površinski aktivne tvari su bifunkcionalni organski spojevi koji se sastoje od hidrofilnog i hidrofobnog dijela. Tenzide dijelimo na anionske, kationske, neionske i amfolitske. Molekulska struktura tenzida ukazuje na njihove neuobičajene osobine: adsorpcija i molekulska samoudruživanje.

Potencijometrija je elektroanalitička metoda u kojoj se mjeri razlika potencijala između elektrokemijske ćelije uz ravnotežne uvjete. Mjerenja se provodi uz upotrebu referentne elektrode, koja ima stalan potencijal, i indikatorske elektrode, koja daje brz i reproducibilan odaziv na promjene koncentracije iona analita. Referentne elektrode su: standardna vodikova elektroda, kalomelova elektroda  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  i elektroda srebro/srebrov klorid,  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ . Koriste se dvije vrste indikatorskih elektrode: metalne i membranske indikatorske elektrode. Direktna potencijometrija upotrebljava se kada je potrebno izmjeriti samo potencijal indikatorske elektrode uronjene u ispitivanu otopinu i otopinu koja sadrži poznatu koncentraciju analita. Određivanje interakcije pratilo se variranjem udjela amiloze u otopini inkrementalnim dodatkom definirane koncentracije tenzida.

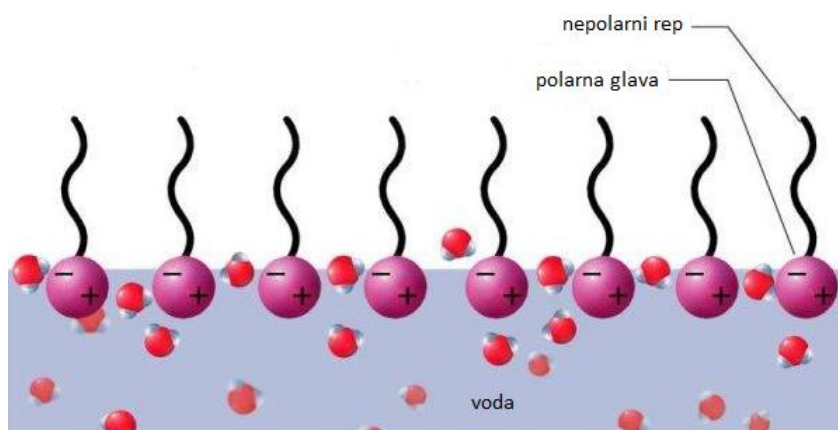
Cilj ovog rada bila je potencijometrijska karakterizacija interakcije amiloze i oktadecil-trimetil amonijevog bromida. Hipoteza ovog rada bazirana je na činjenici 1) da amiloza, kao velika nerazgranata škrobna molekula ima središnju šupljinu unutar svoje helikalne strukture (ta šupljina pogodna je za inkluziju manjih molekula, ali i većih masnih lanaca – „repova“ molekule tenzida) i 2) da je tenzidnom elektrodom moguće praćenje smanjenje ili povećanje koncentracije tenzida.

Rad je podijeljen na tri dijela. U prvom dijelu teorijski je objašnjena potenciometrijska titracija, elektrode koje se koriste prilikom mjerenja i struktura amiloze. Drugi dio rada je eksperimentalni dio u kojem je detaljno opisano izvođenje eksperimenta. Zadnji dio rada govori o dobivenim rezultatima i stvaranju adsorpcijsko inkluzijskog kompleksa amiloze i kationskog tenzida OTAB.

## 2. Literaturni pregled

### 2.1. Tenzidi

Tenzidi ili površinski aktivne tvari su bifunkcionalni organski spojevi koji se sastoje od hidrofilnog i hidrofobnog dijela. Hidrofilni se dio naziva još i glava (sklona vodi), a hidrofobni rep (odbija vodu, sklon ulju). Rep čini dugi ugljikovodični lanac (najčešće 8 – 20 ugljikovih atoma). Tenzide dijelimo na anionske, kationske, neionske i amfolitske.



Slika 1: Površinski aktivna tvar ili tenzid

#### 2.1.1. Podjela tenzida

Anionski tenzidi su površinski aktivne tvari s jednom ili više funkcionalnih grupa, koje u vodenim otopinama ioniziraju dajući negativno nabijene površinski aktivne organske ione. Lako se raspršuju i koriste se u praškastim detergentima. Osjetljivi su na tvrdoću vode te se tvrdoj vodi dodaju tvari koje kompleksiraju kalcij i magnezij. Podjela anionskih tenzida: sapuni, alkilbenzensulfonati, alkansulfonati, alkilsulfanti, alkiletersulfati.

Kationski tenzidi su površinski aktivne tvari s jednom ili više funkcionalnih grupa, koje u vodenim otopinama ioniziraju dajući pozitivno nabijene površinski aktivne organske ione. Dobro podnose promjene pH, u aerobnim uvjetima su biorazgradivi, ali zadržavaju



toksičnost i pri malim koncentracijama. Kationski tenzidi imaju antimikrobna, baktericidna, antikorozijska i antistatička svojstva. Vrlo često se koriste u industrijskim, dezinfekcijskim, kozmetičkim i farmaceutskih proizvodima. Podjela kationskih tenzida: amin N- oksidi, kvarterni amonijevi spojevi s jednom ili dvije hidrofobne skupine, soli dugolančanih primarnih amina.

Neionski tenzidi su površinski aktivne tvari koje ne disociraju u vodenim otopinama. Topljivost neionskih tenzida u vodi potječe od funkcionalnih grupa u njihovoj strukturi s jakim afinitetom prema vodi. Neionski tenzidi dijele se na polietilenglikoletere masnih alkohola ili etoksilati masnih alkohola i alkilpoliglukozidi.

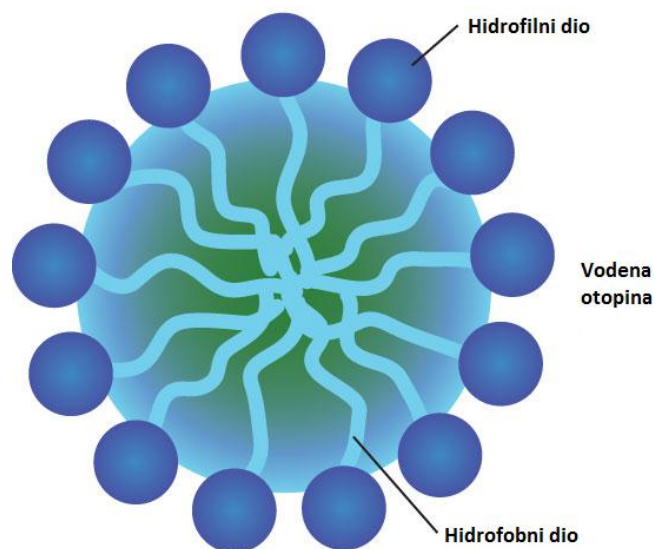
Amfolitski tenzidi su površinski aktivne tvari s jednom ili više funkcionalnih grupa koje u zavisnosti od uvjeta sredine u kojoj se nalaze mogu disocirati u vodenoj otopini tako da spoj dobije karakteristike anionskih ili kationskih tenzida.

### **2.1.2. Osobine tenzida**

Molekulska struktura tenzida ukazuje na njihove neuobičajene osobine koje imaju najrazličitije primjene. Te osobine dijele se na dvije široke kategorije: adsorpcija i molekulska samoudruživanje.

Adsorpcija je tendencija molekula tenzida da se skupljaju na granici dviju faza. Obično se skupljaju na granici uljne i vodene faze tako da je hidrofilni dio molekule tenzida okrenut prema vodi, dok je hidrofobni dio okrenut prema uljnoj fazi.

Molekulska samoudruživanje je tendencija molekula tenzida da se organiziraju u organizirane strukture što uključuje formiranje micela, dvosloja i tekućih kristala. Formiranje micela dopušta hidrofobnom kraju da bude izvan vode, a hidrofilnom da ostane u vodi.



Slika 2: Formiranje micela

## 2.2. Potencimetrija

Potencimetrija je elektroanalitička metoda u kojoj se mjeri razlika potencijala između elektrokemijske ćelije uz ravnotežne uvjete. Napon ćelije mjerimo tako da kroz ćeliju ne teče struja odnosno teče tako mala struja da ona ne utječe na mjerljivo stanje ravnoteže na elektrodama.

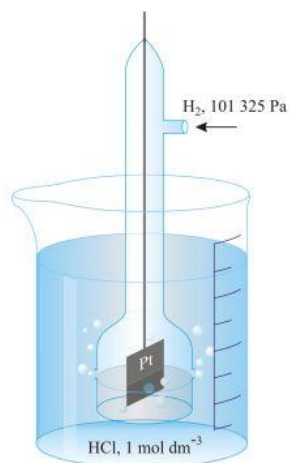
Potencimetrijska mjerenja provode se uz upotrebu dviju elektroda, a najčešća od njih je referentna elektroda. Potencijal referentne elektrode je poznat, stalan i potpuno neovisan o sastavu otopine. Pri prolazu malih struja potencijal referentne elektrode ostaje konstantan. Druga elektroda je indikatorska elektroda koja daje brz i reproducibilan odaziv na promjene koncentracije iona analita. Ne postoji indikatorska elektroda koja je potpuno selektivna, pa postoje metalne i membranske indikatorske elektrode.

### 2.2.1. Referentne elektrode

Referentne elektrode služe kao standard prema kojem mjerimo potencijal druge elektrode (radne ili indikatorske) ili prema kojem kontroliramo vanjski napon kojeg dovodimo na radnu elektrodu. To su redoks-sustavi u kojima lako kontroliramo aktivitet oksidiranog i reduciranog oblika redoks-sustava. Kontrolom aktiviteta tog sustava postizemo stabilnost potencijala referentne elektrode. Univerzalna referentna elektroda je

standardna vodikova elektroda, dok su sekundarne referentne elektrode: kalomelova elektroda  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  i elektroda srebro/ srebrov klorid,  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ .

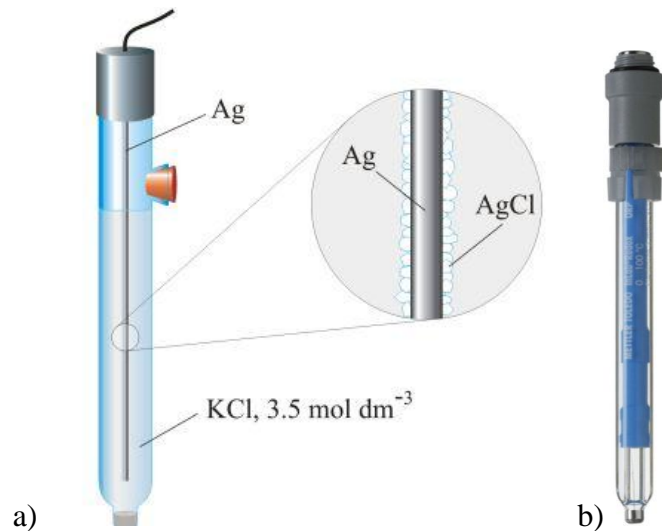
Standardna vodikova elektroda je univerzalna referentna elektroda prema kojoj se iskazuju potencijali ostalih elektroda. Struja plina, potrebna za rad vodikove elektrode, može biti opasna, a priprava i održavanje su zahtjevni pa se ona često zamjenjuje sekundarnim referentnim elektrodama.



Slika 3: Standardna vodikova elektroda

Kalomelova elektroda  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  lako se pripremi da ima određeni potencijal. Elektroda se sastoji od dvije staklene cijevi pri čemu se u unutrašnjoj cijevi nalazi pasta od žive, kalomela ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) i otopine kalijevog klorida. Pasta s otopinom kalijevog klorida u vanjskoj cijevi spojena je kroz mali otvor na dnu. Shematski prikaz elektrode:  $\text{Hg}|\text{Hg}_2\text{Cl}_2(\text{zas}), \text{KCl}_{(xM)}$ .

Srebro/srebrov klorid elektroda ( $\text{Ag}/\text{AgCl}$ ) je najčešće korištena referentna elektroda zbog svoje jednostavnosti, neotrovnosti, niske cijene i stabilnosti. Najčešće se puni zasićenim kalijevim kloridom. Aktivitet  $\text{Ag}^+$  iona, a time i potencijal elektrode kontroliran je koncentracijom kloridnih iona u otopini. Elektrokemijski proces u elektrodi može se prikazati jednadžbom:  $\text{AgCl}(\text{s}) + \text{e}^- \rightleftharpoons \text{Ag}(\text{s}) + \text{Cl}^-$ .



Slika 4: Elektroda srebro/srebrov klorid – a) shema elektrode, b) komercijalna elektroda

### 2.2.2. Indikatorske elektrode

Indikatorske elektrode koje se koriste razvrstavaju se na temelju razlike u načinu nastajanja razlike potencijala na dodirnoj površini elektroda – otopina. Razlika potencijala posljedica je elektrokemijske reakcije na površini elektrode prilikom čega nastaje razdvajanje naboja na dodirnoj površini. Koriste se dvije vrste indikatorskih elektroda: metalne i membranske indikatorske elektrode.

Potencijal indikatorske elektrode određen je Nernstovim izrazom i u njemu se koristi aktivitet, a ne koncentracija iona:

$$E = E^0 \pm \frac{0,0592}{z} \log a$$

$a_x = f_x \cdot [X]$   $a_x$  = aktivitet iona

$[X]$  = molarna koncentracija iona

$f_x$  = koeficijent aktiviteta



Slika 5: Indikatorska platinska redoks elektroda

### 2.3. Direktna potenciometrija

Direktna potenciometrija se upotrebljava zbog svoje pogodnosti i brzog određivanja aktiviteta brojnih kationa i aniona. Njezinom primjenom potrebno je izmjeriti samo potencijal indikatorske elektrode uronjene u ispitivanu otopinu i otopinu koja sadrži poznatu koncentraciju analita. Direktna potenciometrija može se lako prilagoditi za bilježenje analitičkih podataka. Za određivanje aktiviteta koristi se linearni dio grafa.

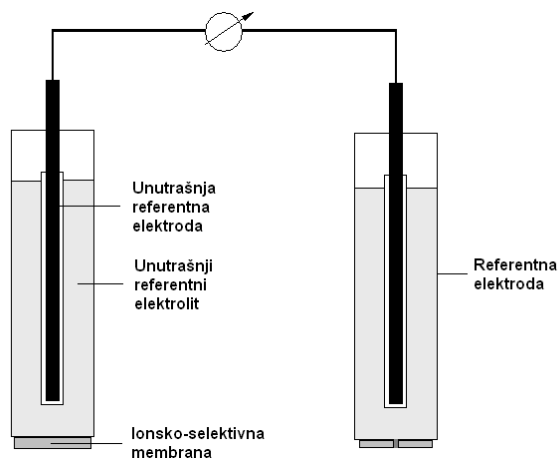
### 2.4. Potenciometrijska titracija

Potenciometrijska titracija je titracija u kojoj se za detekciju završne točke koristi ionsko – selektivna elektroda. Potenciometrijska titracija obuhvaća mjerenje potencijala odgovarajuće indikatorske elektrode kao funkcije volumena titranta. Iz promjene potencijala elektrode određujemo volumen ekvivalencije reakcije u ćeliji.

#### 2.4.1. Ionsko selektivne elektrode

Ionsko selektivne elektrode su elektrokemijski senzori koji omogućavaju potenciometrijsko određivanje analita. Pokazuju selektivan odziv na neki od iona prisutnih u otopini. Potencijal elektrode logaritamski ovisi o aktivitetu iona na kojeg je elektroda selektivna. Mjerenje ionsko-selektivnom elektrodom se izvodi u elektrokemijskoj mjernoj

ćeliji koja se sastoji od dva galvanska polučlanka: ionsko-selektivne elektrode i referentne elektrode.



**Slika 6: Elektro-kemijska mjerna ćelija s ionsko-selektivnom elektrodom**

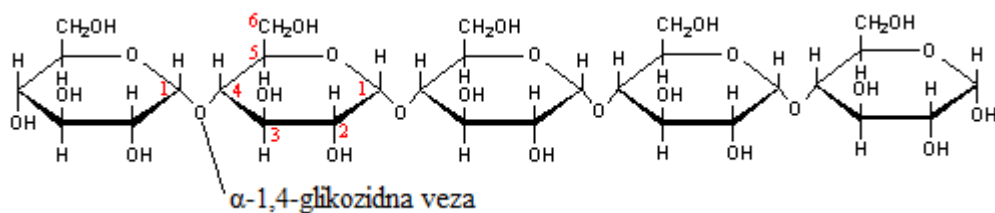
Za osjetljivo i selektivno prepoznavanje određene ionske vrste odgovorna je membrana. Ionsko-selektivne elektrode mogu se podijeliti na elektrode sa čvrstom membranom i elektrode s ionsko-izmjenjivačkom membranom.

Elektrode sa čvrstom membranom su elektrode čija je membrana sastavljena od jedne ili više kristaličnih tvari. Potencijal takve membrane ovisan je o koncentraciji iona prenosioca naboja uz njenu površinu.

Elektrode s ionsko-izmjenjivačkom membranom su elektrode čija membrana sadrži tvar koja posjeduje sposobnost izmjene iona. Ove elektrode mogu biti izgrađene od posebne vrste (staklena pH elektroda) ili od neke organske ionsko-izmjenjivačke tvari otopljene u pogodnom otapalu u plastičnom matriksu (PVC). Potencijal membrane određen je izmjenom iona iz otopine s ionima vezanim na izmjenjivačku tvar u membrani.

## 2.5. Amiloza

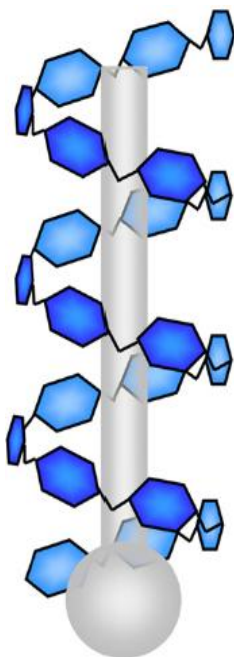
Amiloza je esencijalni nerazgranati oblik škroba. Sastoji se od glukoznih jedinica povezanih  $\alpha$ -1,4-glikozidnim vezama. Međusobno povezani glukozni monomeri ne grade izduženu konformaciju, već spiralno uvijeni lanac u obliku heliksa. Amiloza se brzo hidrolizira  $\alpha$ -amilazom, enzimom koji izlučuju žlijezde slinovnice i gušterača.



Slika 7: Amiloza

Amiloza nije topiva u hladnoj vodi, a na sobnoj temperaturi otopina amiloze je nestabilna i nakon nekog vremena formira talog. Amiloza se otapa u vodenoj otopini zagrijavanjem iznad 150°C. Sa jodom daje plavu boju, a sa alkoholima, ketonima i masnim kiselinama gradi mikrokristalne taloge. Takvo ponašanje objašnjava spiralna struktura amiloze jer u šupljinu može ući molekula trijodida i nastaje kompleks amiloza-trijodid.

Neki tenzidi nisu u mogućnosti stvarati komplekse sa škrobom zbog molekularne strukture koja je važan faktor. Jednorepni tenzidi sa zasićenim alkilnim lancima su pogodni za kompleksiranje, a povezivanje se povećava duljinom alkilnog lanca.



Slika 8: Kompleks amiloza-tenzid

### 3. Eksperimentalni dio

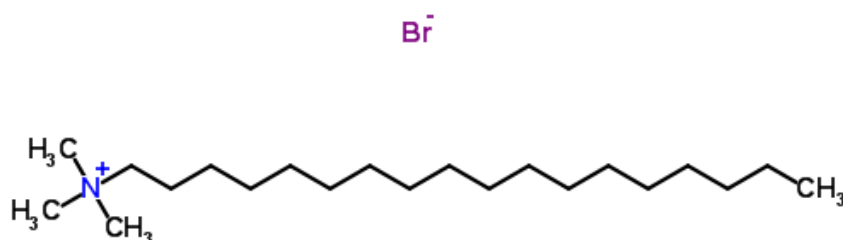
#### 3.1. Kemikalije

Prilikom izvođenja potenciometrijske titracije korištene su sljedeće kemikalije:

- Amiloza (čistoća 99%)
- Oktadecil–trimetil amonijev bromid
- Destilirana voda

Kao titrant korištena je otopina kationskog tenzida oktadecil–trimetil amonijeva bromida koncentracije  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ . Kao analit korištena je amiloza otopljena u vodi, a koncentracije otopina bile su 0%, 0.1%, 0.5%, 1%, 2% i 4%.

- Oktadecil – trimetil amonijev bromid (OTAB),  $\text{C}_{21}\text{H}_{46}\text{BrN}$   
 $M_r = 392.5$



#### 3.2. Pribor i aparatura

Za izvođenje potenciometrijskih titracija korišten je potenciometar Metrohm 780 pH metar, magnetska mješalica 728 Stirrer, Metrohm 765 Dosimat jedinice za doziranje preciznosti 0.001 mL. Sva aparatura korištena u eksperimentu je proizvodnje Metrohm, Švicarska, kao i program Tiamo.





**Slika 9: Metrohm sustav za doziranje**

Korištene su dvije elektrode: srebro/srebrov klorid (Metrohm) kao referentna elektroda u kojoj je unutrašnji elektrolit otopina natrijeva klorid ( $\text{NaCl}$ ) koncentracije  $2 \text{ mol/dm}^3$  i tenzidno-osjetljiva elektroda s plastificiranom PVC membranom vlastite izradbe (Slika 10).



**Slika 10: Tenzidno-osjetljiva elektroda s PVC membranom vlastite izradbe [7.]**

Tenzidno-osjetljiva elektroda s plastificiranom PVC membranom vlastite izradbe sastoji se od plastificirane PVC membrane, unutrašnjeg elektrolita i tijela elektrode. Plastificirana PVC membrana sastoji se od 1,3-didecil-2-metilimidazol-tetrafenilborat (DMI-TPB) ionskog para kao elektroaktivne komponente, o-nitrofenil oktil eter (o-NPOE) kao plastifikatora i PVC (3:2). Unutrašnji elektrolit je otopina  $\text{NaCl}$ , koncentracije  $2 \text{ mol/dm}^3$ .

### **3.3. Priprema otopina**

#### **3.3.1. Priprema otopine oktadecil-trimetil amonijeva bromida (OTAB), $c=4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$**

Izvaže se 0,785 g oktadecil-trimetil amonijeva bromida i doda kroz lijevak u odmjernu tikvicu od 500 mL. Ladica i lijevak isperu se destiliranom vodom te se tikvica nadopuni destiliranom vodom do oznake. Otopina se zagrijava na magnetskoj miješalici dok se sve ne otopi i zatim ohladi na sobnu temperaturu.

#### **3.3.2. Priprema otopine amiloze, $w=0.1 - 4\%$**

Otopine amiloze pripremane su u koncentracijama 0.1; 0.5; 1; 2 i 4% na način da se izvaže odgovarajuća masa amiloze (0.1; 0.5; 1; 2 i 4g) za definiranu koncentraciju otopine amiloze te se doda kroz lijevak u odmjernu tikvicu od 100 mL. Ladica i lijevak isperu se destiliranom vodom te se tikvica nadopuni destiliranom vodom do oznake. Otopina se lagano zagrije na magnetskoj miješalici dok se sva amiloza ne otopi i zatim ohladi na sobnu temperaturu.

### **3.4. Postupak**

#### **3.4.1. Standardizacija otopine oktadecil-trimetil amonijeva bromida**

Za standardizaciju otopine oktadecil-trimetil amonijeva bromida (OTAB) pripremljena je otopina anionskog tenzida DDS-a čistoće 94% koncentracije  $4.238 \times 10^{-3} \text{ moldm}^{-3}$ . U čašu od 50 mL otpipetira se 5 mL OTAB koncentracije  $4 \times 10^{-3} \text{ moldm}^{-3}$  i 20 mL destilirane vode i titrira otopinom DDS-a koncentracije  $4.238 \times 10^{-3} \text{ moldm}^{-3}$  te naprave 3 serije ponavljanja.

#### **3.4.2. Potenciometrijska karakterizacija interakcije amiloze i oktadecil-trimetil amonijevog bromida**

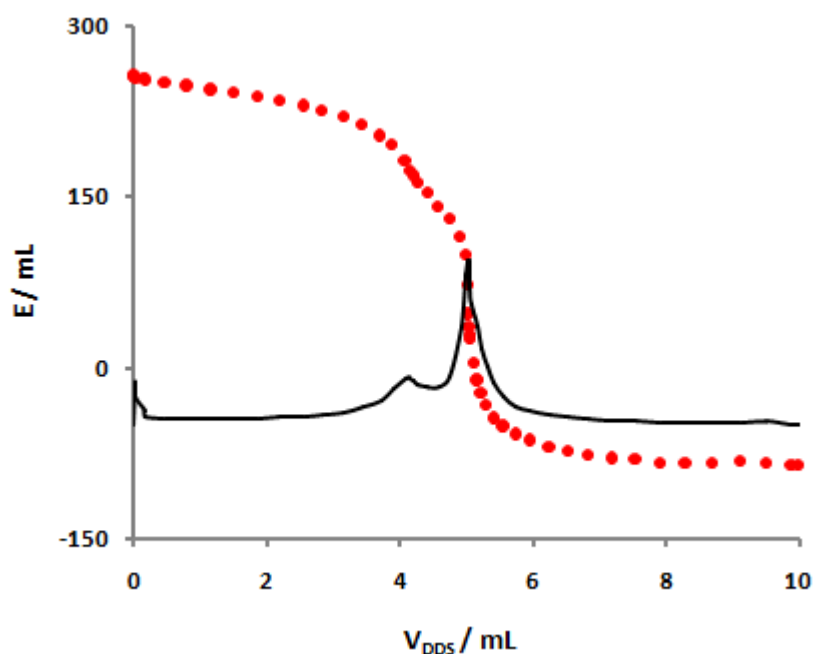
Za potenciometrijsko mjerenje pripremljeno je 6 otopina amiloze različitog masenog udjela amiloze u otopini (0%, 0.1%, 0.5%, 1%, 2% i 4%). U čaše od 50 mL otpipetira se 20 mL otopine amiloze i titrira otopinom kationskog tenzida oktadecil-trimetil amonijeva bromida (OTAB). Za svaki maseni udio amiloze napravljene su tri serije

ponavljanja. Mjerenja i titracije su provedene pri sobnoj temperaturi koristeći magnetsku mješalicu. Titracijske krivulje prikazuju ovisnost elektrodnog potencijala o volumenu titranta. Za obradu podataka korišten je Microsoft Office Excel.

## 4. Rezultati i rasprava eksperimentalnog rada

### 4.1. Standardizacija otopine kationskog tenzida OTAB s anionskim tenzidom DDS

Za standardizaciju otopine kationskog tenzida oktadecil-trimetil amonijeva bromida (OTAB) s otopinom anionskog tenzida DDS-a kao indikator točke ekvivalencije u potenciometrijskoj titraciji korištena je Phillipsova elektroda sa DMI-TPB senzorskim materijalom. Kationski tenzid oktadecil-trimetil amonijev bromid (OTAB) i anionski tenzid DDS reagiraju u omjeru 1:1. Na Slici 11. prikazana je titracijska krivulja kationskog tenzida OTAB s anionskim tenzidom DDS ( $4.238 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ ) koja je sigmoidalnog oblika s promjenom potencijala od 350 mV.

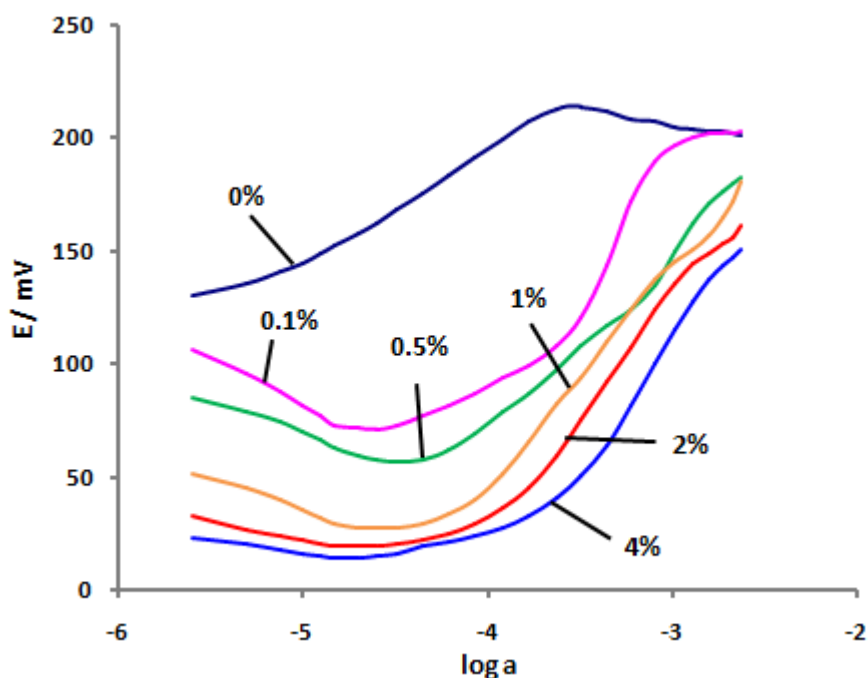


Slika 11: Titracijska krivulja otopine kationskog tenzida oktadecil-trimetil amonijev bromid (OTAB) s anionskim tenzidom DDS ( $4.238 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ ) i njezina prva derivacija

Slika 11. prikazuje derivacijsku krivulju ( $\Delta E/\Delta V$ ) za određivanje točke ekvivalencije pri potenciometrijskoj titraciji otopine kationskog tenzida OTAB s anionskim tenzidom DDS ( $4.238 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ ). Skok u točki ekvivalencije je oštar i reproducibilan. Srednja vrijednost utrošenog volumena DDS-a ( $4.238 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$ ) u točki ekvivalencije iznosila je 5.0328 mL pri srednjoj vrijednosti potencijala od 51.4 mV.

#### 4.2. Potenciometrijsko određivanje interakcije amiloze i oktadeciltrimetil amonijevog bromida

Dodatkom kationskog tenzida OTAB otopini amiloze s različitim udjelom amiloze u otopine dolazi do formiranja adsorpcijsko inkluzijskog kompleksa. Kako amiloza čini uvijeni lanac u obliku heliksa masni ugljikovodični lanac kationskog tenzida OTAB ulazi u heliks amiloze. Povećanjem udjela amiloze u otopini, veže se više tenzida za amilozu koja je linearna molekula što nam pokazuje kritična micelarna koncentracija (CMC). Na Slici 12. prikazano je kako se kritična micelarna koncentracija povećanjem udjela amiloze u otopini pomiče ulijevo, što znači da je moguće otapanje viših koncentracija tenzida od definirane CMC.



Slika 12: Interakcija kationskog tenzida OTAB s različitim udjelima amiloze u otopini: 0%, 0.1%, 0.5%, 1%, 2%, 4%

Najviše tenzida veže se u interakciji s 4%-tnom otopinom amiloze, najmanje u 0.1%-tnoj otopini amiloze. Kod viših koncentracija amiloze – u odnosu na niže koncentracije, nagib odgovara tenzidne elektrode se naglo povećava od područja teoretske CMC tenzida prema novoj CMC koja je u području viših koncentracija tenzida.

## 5. Zaključak

Na temelju dobivenih rezultata utvrđeno je:

- da je upotrebom tenzidne elektrode moguće praćenje i karakterizacija interakcije amiloze i oktadecil-trimetil amonijevog bromida.
- da se s povećanjem udjela amiloze u otopini kritična micelarna koncentracija oktadecil-trimetil amonijevog bromida pomiče prema većim koncentracijama.
- da se nagib odgovara tenzidne elektrode naglo povećava od područja teoretske CMC tenzida prema novoj CMC koja je u području viših koncentracija tenzida.
- da se s povećanjem udjela amiloze u otopini više tenzida veže na molekulu amiloze što omogućuje otapanje viših koncentracija tenzida.

## 6. Literatura

- [1.] D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, *Osnove analitičke kemije*, Školska knjiga, Zagreb, 1999.
- [2.] J. M. Berg, J. L. Tymoczko, L. Stryer, *Biokemija*, Školska knjiga, Zagreb, 2013.
- [3.] G. L. Hasenhuettl, R. W. Hartel, *Food emulsifiers and their applications*, Springer Science + Business media, LLC, 2008
- [4.] M. Karlberg, L. Piculell, L. Huang, *Solubility of amylose/ionic surfactant complexes in dilute aqueous solutions: Dependence on surfactant concentration*, Carbohydrate Polymers, 70, 2007, str. 350–354
- [5.] M. Egermayer, *Complexation between hydrophobically modified polymers and amylose*, Physical Chemistry 1, Lund University, May 2003
- [6.] J.A. Putseys, L. Lamberts, J.A. Delcour, *Amylose-inclusion complexes: Formation, identity and physico-chemical properties*, Journal of Cereal Science 51, 2010, str. 238-247
- [7.] D. Madunić – Čačić, K. Galović, *11. Stručni sastanak laboratorija ovlaštenih za ispitivanje voda*, power point prezentacija, 2010.
- [8.] V. Balsamo, F. Lopez-Carrasquero, E. Laredo, K. Conto, J. Contreras, J. L. Feijoo, *Preparation and thermal stability of carboxymethyl starch/quaternary ammonium salts complexes*, Carbohydrate Polymers 83, 2011, str. 1680–1689
- [9.] J. Merta, P. Stenius, *Interactions between cationic starch and mixed anionic surfactants*, Colloids and Surfaces, Physicochemical and Engineering Aspects, 149, 1999, str. 367–377
- [10.] M. Hossain, I. H. Mondal, M. R. Khan, F. Alam, K. Hasan, *Interactions between Starch and Surfactants by Ternary Phase Diagram*, Canadian Journal on Scientific and Industrial Research 3, May 2012