

Ćwiczenie 3

WYKORZYSTANIE LICZB CHARAKTERYSTYCZNYCH DO BADANIA RODZAJU I JAKOŚCI TŁUSZCZU.

ZAGADNIENIA KOŁOKWIALNE

Tłuszcze i oleje jadalne: budowa (triacyloglicerole, kwasy tłuszczowe – nasycone i nienasycone) i reakcje. Liczby charakterystyczne (liczba jodowa, liczba kwasowa, liczba nadtlenkowa, liczba zmydlania): definicje, zastosowanie, reakcje zachodzące podczas ich oznaczania

WPROWADZENIE

Liczby charakterystyczne mogą służyć do badania rodzaju tłuszczu (liczba jodowa – LJ, liczba zmydlania - LZ) oraz jego jakości (liczba kwasowa – LK, liczba nadtlenkowa – LOO).

Liczba jodowa jest to liczba gramów chlorowca, w przeliczeniu na jod, która przyłącza się w określonych warunkach do podwójnych wiązań kwasów tłuszczowych znajdujących się w 100 gramach badanego tłuszczu. Liczba jodowa jest zatem miernikiem stopnia nienasycenia tłuszczu, w związku z tym może służyć do identyfikacji tłuszczów. Tłuszcze w zależności m.in. od miejsca pochodzenia surowca tłuszczowego różnią się w pewnych granicach składem kwasów tłuszczowych, a zatem również liczbą jodową. W tabelce zamieszczono zakresy liczb jodowych podawane przez normy

tłuszcz	zakres LJ
olej sojowy	124-139 ¹⁾
olej słonecznikowy	136-148 ¹⁾
olej rzepakowy	110-126 ¹⁾
olej palmowy	50-55 ¹⁾
olej kokosowy	6-11 ¹⁾
oliwa z oliwek	75-94 ²⁾
smalec	45-70 ³⁾

Liczba kwasowa określa ilość wolnych kwasów tłuszczowych. Wyraża się ją jako ilość mg wodorotlenku potasu potrzebną do zobojętnienia kwasów tłuszczowych zawartych w 1 gramie badanego tłuszczu. Liczba kwasowa jest miarą zawartości wolnych kwasów tłuszczowych, czyli określa stopień hydrolizy tłuszczu. Maksymalne dopuszczalne wartości LK w wybranych tłuszczach wynoszą:

tłuszcz	liczba kwasowa
olej sojowy	0,3 ¹⁾
olej słonecznikowy	
olej rzepakowy	
olej palmowy	
olej kokosowy	
oliwa z oliwek	6,6 (rafin. 0,6) ²⁾
smalec	1,1 ³⁾

Liczba nadtlenkowa jest to ilość mililitrów mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu potrzebna do zmiareczkowania jodu wydzielonego z roztworu jodku potasu w wyniku działania nadtlenków zawartych w 1 gramie tłuszczu. Liczba nadtlenkowa jest miarą zawartości nadtlenków i traktowana jest jako wskaźnik stopnia utlenienia (zjełczenia) tłuszczu. Maksymalne dopuszczalne wartości LOO w wybranych tłuszczach wynoszą:

tłuszcz	liczba nadtlenkowa
olej sojowy	5,0 ¹⁾
olej słonecznikowy	
olej rzepakowy	
olej palmowy	
olej kokosowy	
oliwa z oliwek	20,0 ²⁾
smalec	6,0 ³⁾

¹⁾ Norma PN-A-86908: Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce - Rafinowane oleje roślinne.

²⁾ Norma BN-91/8052-01: Oliwy z oliwek.

³⁾ Norma PN-90/A-85802: Tłuszcze zwierzęce jadalne topione.

WYKONANIE OZNACZEŃ

Oznaczenie liczby jodowej badanego oleju (norma PN-ISO 3961).

Naważony dokładnie tłuszcz (ok. 1g dla liczb jodowych w zakresie 5-20, ok. 0,4 g w zakresie 20-50, ok. 0.2g w zakresie 50-100, lub 0.13g w zakresie 100-150) wraz z naczynkiem przenieść do kolby stożkowej (500 ml). Tłuszcz rozpuścić w 20 ml mieszaniny cykloheksan-kwas octowy (1:1). Do kolby dodać pipetą ściśle 25 ml roztworu Wijsa i szczelnie zamknąć korkiem zwilżonym kroplą roztworu KI. Zawartość kolby wymieszać powolnym ruchem kołowym i pozostawić w miejscu zaciemnionym na 1 godz. Po upływie tego czasu dodać 20 ml roztworu KI i 150 ml wody destylowanej splukując częścią tej wody korek. Zawartość kolby miareczkuje się 0,1N roztworem tiosiarczanu sodu do słomkowego zabarwienia przy jednoczesnym ciągłym energicznym mieszaniu. Następnie dodać około 1 ml roztworu skrobi i miareczkować w dalszym ciągu roztworem tiosiarczanu do całkowitego odbarwienia się cieczy. Równoległe z tym oznaczeniem wykonać w tych samych warunkach 2 ślepe próby.

Liczbę jodową obliczamy ze wzoru: $LJ=12.69 \cdot N \cdot (a-b)/m$

gdzie: m - naważka tłuszczu

a - objętość roztworu tiosiarczanu zużytego na zmiareczkowanie ślepej próby

b - objętość roztworu tiosiarczanu zużytego na zmiareczkowanie próby tłuszczu

N - normalność roztworu tiosiarczanu (0,1N)

12.69 - współczynnik przeliczeniowy

Oznaczenie liczby kwasowej badanego oleju (norma PN-ISO 660).

Odważyć do kolby na 250ml odpowiednią masę próbki (różną w zależności od spodziewanej liczby kwasowej: ok. 10 g gdy $LK=1 \div 4$; ok. 2,5 g gdy $LK=4 \div 15$). Rozpuścić próbkę w 50-150 ml mieszaniny rozpuszczalników (etanol:eter etylowy = 1:1). Miareczkować, mieszając, zawartość kolby roztworem KOH w etanolu do punktu końcowego w obecności fenoloftaleiny. Za punkt końcowy należy uznać moment gdy dodanie jednej kropli ługu spowoduje słabą, lecz dostrzegalną zmianę zabarwienia utrzymującą się co najmniej 15 sekund. Wykonać miareczkowanie ślepej próby

Liczbę kwasową obliczamy ze wzoru: $LK=56,1 \cdot (V-V_0) \cdot c/m$

gdzie: m - masa tłuszczu

V - objętość roztworu wodorotlenku potasu użytego na zmiareczkowanie próby tłuszczu

V_0 - objętość roztworu wodorotlenku potasu użytego na zmiareczkowanie ślepej próby

c – stężenie roztworu KOH (0,1N)

Oznaczenie liczby nadtlenkowej badanego oleju (norma PN-ISO 3960).

Naważyć ok. 2 gramów tłuszczu (z dokładnością do 0.001g) i przenieść do kolby stożkowej.

Do kolby dodaje się 10 cm³ chloroformu, miesza do całkowitego rozpuszczenia się tłuszczu, dodaje się 15 cm³ kwasu octowego i 1cm³ roztworu KI, po czym zamyka korkiem na szlif. Miesza się zawartość kolby przez 1 min., a następnie pozostawia dokładnie na 5 minut w ciemności. Po tym czasie dodaje się 75 cm³ wody destylowanej oplukując starannie korek, 5 kropeł roztworu skrobi i po wymieszaniu miareczkuje się 0.002 N roztworem tiosiarczanu sodu. Równoległe wykonujemy ślepa próbę.

Liczbę nadtlenkową obliczamy ze wzoru:

$$LOO = 0,002 \cdot (a-b) \cdot 1000 / m \text{ [milirównoważniki aktywnego O}_2\text{/kg]}$$

gdzie: a -objętość roztworu tiosiarczanu zużyta do zmiareczkowania próby tłuszczu [cm³]

b -objętość roztworu tiosiarczanu zużyta do zmiareczkowania ślepej próby [cm³]

m – masa próbki [g]

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Porównać otrzymane wyniki z wartościami zalecanymi przez polskie normy. Ocenic czy jakość badanych olejów jest zgodna z obowiązującymi normami i ich przydatność do spożycia

LITERATURA

Norma PN-ISO 3961:1998. Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce – Oznaczanie liczby jodowej.

Norma PN-ISO 660:1998. Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce – Oznaczanie liczby kwasowej i kwasowości.

Norma PN-ISO 3960:1996. Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce – Oznaczanie liczby nadtlenkowej.

Norma PN-ISO 3657:1994. Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce – Oznaczanie liczby zmydlania.