

PRACOWNIA nr 11

ANALIZA TŁUSZCZÓW

Zagadnienia do kartkówki:

1. Tłuszcze - definicja, wzór ogólny, nazewnictwo, budowa, otrzymywanie i podział (ze względu na stan skupienia, na pochodzenie).
2. Podział: lipidy proste (tłuszcze właściwe, woski) i złożone (fosfolipidy, glikolipidy) – definicja, przykłady, występowanie w przyrodzie.
3. Właściwości fizyczne tłuszczów: stan skupienia, zapach, barwa, palność, rozpuszczalność w wodzie, odczyn wodnych roztworów tych związków.
4. Właściwości chemiczne tłuszczów:
 - hydroliza pod działaniem wody i hydroliza alkaliczna (zmydlanie)
 - reakcja uwodornienia (utwardzania tłuszczów - margaryny)
 - proces jęczenia
 - chemiczne wskaźniki właściwości tłuszczów: liczba kwasowa, liczba jodowa, liczba zmydlania, liczba estrowa.
5. Mydła i detergenty – definicja, rodzaje, właściwości piorące mydeł, rodzaje detergentów.
6. Pojęcia: terpeny, cholesterol, fosfolipidy, glikolipidy, sfingolipidy.
7. Obliczenia stechiometryczne – liczba jodowa.

Tłuszcze (lipidy) stanowią złożoną grupę związków. Cechuje je nierozpuszczalność w wodzie i dobra rozpuszczalność w związkach organicznych (alkohole, aceton, ciekłe węglowodory alifatyczne, benzen, eter etylowy).

Pod względem chemicznym lipidy dzieli się na:

- a) tłuszcze proste: tłuszcze właściwe i woski
- b) tłuszcze złożone.

Lipidy proste są to estry kwasów tłuszczowych i alkoholi, natomiast złożone zawierają dodatkowe składniki, np. reszty kwasu fosforowego, zasad organicznych, aminoalkoholi lub cukrów.

Lipidy właściwe to estry wyższych kwasów organicznych (kwasów tłuszczowych) i gliceryny. Natomiast **woski** to estry wyższych kwasów tłuszczowych i alkoholi jednowodorotlenowych o długich łańcuchach węglowych.

Tłuszcze występują we wszystkich grupach organizmów żywych, gdzie stanowią zapasowy i skondensowany materiał energetyczny oraz są składnikiem ścian komórkowych. W organizmach zwierząt wyższych tłuszcz stanowi tkankę tłuszczową. U roślin występują głównie jako energetyczny składnik nasion. Rośliny oleiste gromadzą tłuszcz w liposomach, plastydach i mitochondriach. Np. nasiona słonecznika zawierają do 38% tłuszczu, lnu i konopi do 30%, soi do 20%, maku do 45%. Nasiona zbóż i roślin motylkowych zawierają zaledwie 2-4% tłuszczów.

W przemyśle tłuszcze otrzymywane są w wyniku prasowania, wytapiania lub ekstrakcji. Stosowane są do celów spożywczych (ok. 80% produkcji), do wyrobu mydeł, detergentów, świec stearynowych, jako pokosty oraz w syntezie chemicznej.

W celu oceny przydatności tłuszczu jako materiału żywnościowego lub przemysłowego, ustala się analitycznie niektóre z jego cech fizycznych i chemicznych. Należą do nich m.in. temperatura topnienia, gęstość oraz tzw. liczby tłuszczowe. **Liczby tłuszczowe** są miarą zawartości określonych związków w mieszaninie tłuszczu, np. estrów,

związków nienasyconych, hydroksykwasów, wolnych kwasów tłuszczowych. Do najczęściej oznaczanych liczb tłuszczowych zalicza się: liczbę jodową LJ, liczbę kwasową LK, liczbę estrową (LE) i liczbę zmydlenia LZ.

Liczba jodowa (LJ) służy do określania zawartości kwasów nienasyconych, które wchodzi w skład danego tłuszczu. Jest to liczba gramów wolnego jodu I₂ związanych przez 100 g tłuszczu.

Kwasy nienasycone łatwo przyłączają jod w miejscu podwójnych wiązań. Tłuszcze o dużej zawartości nienasyconych kwasów tłuszczowych np. oleje roślinne charakteryzują się wysokimi liczbami jodowymi (olej rzepakowy 168-179, olej kokosowy 246-268). Tłuszcze stałe o małej zawartości nienasyconych kwasów tłuszczowych mają niskie liczby jodowe, np. masło 26-38, smalec 46-70.

Liczba kwasowa (LK, liczba Kottstorfera) określa zawartość wolnych kwasów tłuszczowych w 1 g tłuszczu, wyrażoną liczbą mg wodorotlenku potasu, zużytego do ich zobojętnienia.

LK jest miarą stopnia hydrolizy tłuszczu, czyli jego świeżości. Jej wartość zmienia się np. podczas jełczenia tłuszczu. Im bardziej zjełczały tłuszcz tym wyższa wartość liczby kwasowej i niższa wartość liczby jodowej.

Liczba zmydlenia (LZ) wyraża zawartość wolnych kwasów tłuszczowych i kwasów związanych estrowo z tłuszczem. Do jej oznaczenia używa się ługu potasowego, przyspieszającego hydrolizę tłuszczu. Ponieważ w tłuszczach, obok związanych kwasów tłuszczowych występują także wolne kwasy tłuszczowe, wprowadzony ług przereaguje z obiema grupami kwasów a ilość zużytego ługu będzie określać ich sumę. **Liczbę zmydlenia** definiuje się jako liczbę mg KOH potrzebną do zmydlenia zestryfikowanych i zobojętnienia wolnych kwasów tłuszczowych zawartych w 1 g tłuszczu. Liczba zmydlenia czystego tłuszczu może posłużyć do wyznaczenia średniej masy molowej kwasów związanych i wolnych zawartych w tłuszczu.

$$M_{sr} = \frac{56110}{LZ}$$

gdzie:

M_{sr} – średnia masa molowa kwasów związanych i wolnych w tłuszczu
LZ – liczba zmydlenia

Tłuszcze zawierające stosunkowo dużą liczbę estrów kwasów o mniejszej masie molowej, np. masłowy, kapronowy (masło, olej kokosowy) mają wysokie wartości liczby zmydlenia (220-260). Natomiast tłuszcze o dużej zawartości estrów kwasów tłuszczowych o wysokiej masie cząsteczkowej, np. olej rzepakowy, olej rycynowy, mają niskie liczby zmydlenia (170-186).

Liczba estrowa (LE) stanowi różnicę wartości liczby kwasowej i liczby zmydlenia. Oznacza ona liczbę mg KOH potrzebną do zobojętnienia kwasów tłuszczowych związanych estrowo, a uwolnionych w procesie zmydlenia 1 g tłuszczu. W tłuszczach obojętnych, tj. nie zawierających wolnych kwasów tłuszczowych, LE równa jest LZ.

Literatura

1. Białecka-Floriańczyk E., *Podstawy chemii organicznej*, SGGW, Warszawa 1999.
2. Białecka-Floriańczyk E., *Chemia organiczna*, WNT, Warszawa 2003.
3. Bobrański B., *Chemia organiczna*, PWN, Warszawa 1992.
4. Bojarski J., *Chemia organiczna*, Wydawnictwo UJ, Kraków 2003.
5. Kupryszewski G., *Wstęp do chemii organicznej*, PWN, Warszawa 1979.
6. Mastalerz P., *Chemia organiczna*, PWN, Warszawa 1984.
7. Morrison R., *Chemia organiczna*, tom 2, PWN, Warszawa 1994.

Ćwiczenie nr 9

ANALIZA ILOŚCIOWA TŁUSZCZY. OZNACZANIE LICZB TŁUSZCZOWYCH: ZMYDLANIA, JODOWEJ I KWASOWEJ – instrukcja.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie z oznaczeniami liczb tłuszczowych będących wskaźnikami jakości tłuszczów.

Zakres ćwiczenia obejmuje wykonanie oznaczenia liczby jodowej, liczby kwasowej i liczby zmydlenia otrzymanej do analizy próbki tłuszczu oraz obliczenie średniej masy molowej kwasów wolnych i związanych zawartych w tłuszczu oraz obliczenie liczby estrowej.

Uwaga: roztworów mianowanych pobranych z butelki do biurety lub zlewki a nie wykorzystanych do analizy, **NIE WOLNO** wlewać z powrotem do butelki, w której są przechowywane.

A. Wyznaczanie liczby zmydlenia (LZ).

Liczba zmydlenia – jest to liczba miligramów KOH potrzebna do zmydlenia 1g tłuszczu i zobojętnienia zawartych w nim wolnych kwasów tłuszczowych.

Zasada metody

Oznaczanie polega na zmydleniu tłuszczu za pomocą alkoholowego roztworu KOH przez ogrzewanie we wrzącej łaźni wodnej.

Odczynniki: 0,5 M roztwór KOH, fenoloftaleina, 0,5 M HCl, etanol

Szkło: kolby stożkowe o poj. 200-300 ml, pipety wielomiarowe, biureta, cylinder miarowy 100 ml, podciągarka do pipetowania

Sprzęt: łaźnia wodna

Materiał: masło, margaryna, olej, smalec

Wykonanie oznaczenia:

- do kolby stożkowej o pojemności 200 – 300 ml odważyć od 1 do 2 g badanego tłuszczu
- dodać 10 ml 0,5 M roztworu KOH (odmierzone pipetą) i 50 ml (odmierzone cylindrem) etanolu
- zawartość kolby ogrzewać przez 20 minut we wrzącej łaźni wodnej
- dodać 3 – 4 krople fenoloftaleiny do uzyskania różowego zabarwienia
- nadmiar KOH odmiareczkować 0,5 M roztworem HCl do odbarwienia roztworu
- równolegle należy wykonać próbę kontrolną – nie zawierającą tłuszczu. Próby tej nie ogrzewać.

Liczbę zmydlania obliczyć ze wzoru:

$$LZ = 28,055 * \frac{(a - b)}{c}$$

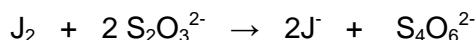
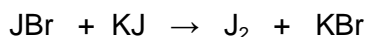
gdzie:

a – objętość 0,5 M roztworu HCl zużyta do zmiareczkowania próby kontrolnej, ml
b – objętość 0,5 M roztworu HCl zużyta do zmiareczkowania próby z tłuszczem, ml
c – masa naważki tłuszczu, g
LZ [mg KOH/ 100 g]

B. Wyznaczanie liczby jodowej (LJ) metodą Hanusa.

Liczba jodowa – jest to ilość gramów jodu, która zostaje przyłączona do 100 g tłuszczu.

Zasada metody polega na wykorzystaniu właściwości związków nienasyconych do przyłączania atomów chlorowca w miejscu podwójnych wiązań. Stopień nienasycenia badanego tłuszczu wyraża się więc ilością przyłączonego chlorowca. W metodzie Hanusa używa się trwałego bromku jodu w lodowatym kwasie octowym. Ilościowe przyłączenie chlorowców następuje w ciągu 15-45 minut. Nadmiar JBr określa się za pomocą dodawanego roztworu KJ. Wydzielający się wolny jod odmiareczkuje się roztworem tiosiarczanu sodu.



Odczynniki: chloroform, odczynnik Hanusa (JBr w lodowatym kwasie octowym), 10% KJ, 0,1 N Na₂S₂O₃, 1% roztwór skrobi

Szkło: kolby stożkowe z doszlifowanym korkiem o poj. 200-300 ml, pipety wielomiarowe, biureta, cylinder miarowy 100 ml, podciągarka do pipet

Sprzęt: waga laboratoryjna

Materiał: masło, margaryna, olej, smalec

Wykonanie oznaczenia:

- do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem odważyć a wadze analitycznej ok. 0,4 – 0,8 g tłuszczu (masła, smalcu, margaryny) lub 0,2 g oleju z dokładnością do 0,1 mg
- dodać 10 ml chloroformu (odmierzone cylindrem) i dokładnie rozpuścić odważkę
- dodać 15 ml odczynnika Hanusa (odmierzone pipetą)
- kolbę zamknąć korkiem i dokładnie wymieszać jej zawartość
- pozostawić w ciemnym miejscu na 30 minut

- dodać 15 ml (odmierzone pipetą) 10% -go roztworu KI (zmywając nim szyjkę kolby i korek)
- dodać 50 ml wody destylowanej (odmierzone cylindrem)
- miareczkować wydzielony jod 0,1 M roztworem tiosiarczanu sodu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ do uzyskania jasnopomarańczowego zabarwienia
- dodać kilka kropel wskaźnika skrobiowego do uzyskania niebieskiego zabarwienia
- miareczkować tiosiarczanem sodu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ do odbarwienia roztworu
- równolegle należy wykonać próbę kontrolną – nie zawierającą tłuszczu

Liczbę jodową obliczyć ze wzoru:

$$LI = 1,269 * \frac{(a - b)}{c}$$

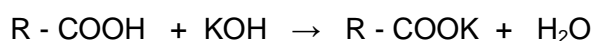
gdzie:

- a – objętość 0,1 M roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zużyta do zmiareczkowania próby kontrolnej, (ml)
- b – objętość 0,1 M roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zużyta do zmiareczkowania próby z tłuszczem, (ml)
- c – masa naważki tłuszczu w gramach
LJ [gJ₂/ 100 g]

C. Wyznaczanie liczby kwasowej.

Liczba kwasowa – jest to liczba miligramów KOH potrzebna do zubożenia wolnych kwasów tłuszczowych zawartych w 1 g tłuszczu.

Zasada metody polega na zmiareczkowaniu roztworu tłuszczu w rozpuszczalniku za pomocą mianowanego roztworu KOH. Zubożeniu ulegają wówczas wolne kwasy tłuszczowe zawarte w tłuszczu.



Odczynniki: rozpuszczalnik (96% etanol: eter – 3:1), 0,1 M KOH, fenoloftaleina

Szkło: kolby stożkowe z doszlifowanym korkiem o poj. 200-300 ml, pipety wielomiarowe, biureta, cylinder miarowy 100 ml, podciągarka do pipet

Sprzęt: waga laboratoryjna

Materiał: masło świeże i zjełczałe, olej

Wykonanie oznaczenia:

- do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem odważyć na wadze analitycznej ok. 5 g tłuszczu z dokładnością do 0,01 g
- dodać 50 ml rozpuszczalnika (odmierzone cylindrem) i dokładnie rozpuścić odważkę
- dodać kilka kropli fenoloftaleiny
- miareczkować roztwór 0,1 M etanolemowym roztworem KOH do uzyskania różowego zabarwienia
- równolegle należy wykonać próbę kontrolną – nie zawierającą tłuszczu.

Liczbę kwasową obliczyć ze wzoru:

$$LK = 5,611 * \frac{(a - b)}{c}$$

gdzie:

- a – objętość 0,1 M roztworu KOH zużyta do zmiareczkowania badanej próby z tłuszczem, (ml)
- b – objętość 0,1 M roztworu KOH zużyta do zmiareczkowania próby kontrolnej, (ml)
- c – masa naważki tłuszczu (g)
- LK [mg KOH/ g]

Wynik otrzymane z oznaczeń LJ, LK i LZ wpisać do tabeli.

Sprawozdanie z ćwiczenia powinno zawierać:

- stronę tytułową
- cel i zakres ćwiczenia
- opis wykonania ćwiczenia (zasada oznaczenia, odczynniki, szkło, sprzęt, materiały, wykonanie ćwiczenia)
- otrzymane wyniki (tabela podpisana przez prowadzącego ćwiczenia)
- wnioski – powinny zawierać charakterystykę badanych tłuszczu.

Przy opracowywaniu wniosków skorzystać z Tabeli nr 16.

Tabela 16. Liczba zmydlania i jodowa wybranych tłuszczów.

Rodzaj tłuszczu	LZ	LJ
Tłuszcze zwierzęce		
łój wołowy	193-200	35-45
smalec wieprzowy	194-203	46-70
masło	209-240	26-38
tran	175-197	150-180
Oleje		
oliwa	187-196	80-88
arachidowy	188-197	83-100
sojowy	190-194	115-137
rzepakowy	168-179	94-106
słonecznikowy	188-194	120-135
lniany	187-195	170-200
Woski		
pszczeli	87-103	5,8-15
olbrot	118-135	3-8

POLITECHNIKA LUBELSKA
Wydział Inżynierii Środowiska
Inżynieria Środowiska

**SPRAWOZDANIE
Z ĆWICZEŃ LABORATORYJNYCH Z CHEMII**

Nr ćwiczenia

9

Temat ćwiczenia

**Analiza ilościowa tłuszczu.
Oznaczanie liczby zmydlania, jodowej
i kwasowej.**

Imię i nazwisko studenta

.....
.....
.....

Rok studiów

Semestr

Data

Imię i nazwisko prowadzącego
ćwiczenia

Uwagi prowadzącego:

TŁUSZCZE – OZNACZANIE LICZB: ZMYDLANIA, JODOWEJ I KWASOWEJ

.....

 Imię i Nazwisko
 Grupa BDi
 Data.....

rodzaj tłuszczu	
Oznaczenie liczby zmydlania LZ	
a [ml HCl]	
b [ml HCl]	
c [g]	
LZ = [mg KOH/g]	
Wyznaczenia średniej masy molowej kwasów związanych i wolnych zawartych w tłuszczu	
LZ [mg KOH/g]	
M_{sr} = [g/mol]	
Oznaczenie liczby jodowej LJ [gJ₂/ 100 g]	
a [ml Na ₂ S ₂ O ₃]	
b [ml Na ₂ S ₂ O ₃]	
c [g]	
LJ = [gJ₂/ 100 g]	
Oznaczenie liczby kwasowej LK [mg KOH/g]	
a [ml KOH]	
b [ml KOH]	
c [g]	
Wyznaczenie liczby estrowej LE	
LK	
LZ	
LE = [mg KOH/g]	