

خصائص الزيوت والدهون Oils and Fats Characterization

(١٤,١) مقدمة

للدّهون خصائص وصفات محددة لكل منها وتتعرض الدهون لكثير من التغيرات الكيميائية خلال التصنيع والتخزين يمكن أن تؤثر على هذه الخصائص وبذلك يمكن الحكم على جودتها، لذا لا بد من التعرف على تلك التغيرات بطرق مختلفة. الهدف العام: إن الهدف العام من هذا القسم هو قياس خصائص الزيوت والدهون بطرق مختلفة.

(١٤,٢) رقم التصبن

Saponification Number

مقدمة

يعرف رقم التصبن بأنه عدد مليجرامات هيدروكسيد البوتاسيوم التي يحتاجها لتصبن أو تحلل ١ جرام من الدهن، وينتج من هذا التفاعل الجليسول والأحماض الدهنية.

وتقدر الزيادة من هيدروكسيد البوتاسيوم الزائد عن التصبن بالمعايرة مع حمض الهيدروكلوريك مستخدماً الفينولفثالين ككاشف وتحسب كمية هيدروكسيد البوتاسيوم المتفاعلة على أساس رقم التصبن. المهدف: قياس رقم التصبن في الزيت والدهن. الكيماويات: إيثانول - حمض الهيدروكلوريك HCl - فينولفثالين - هيدروكسيد البوتاسيوم.

تحضير المحاليل

• هيدروكسيد البوتاسيم الكحولي :

أذب ٤٠ جراماً من KOH في ١ لتر إيثانول مقطر على أن تبقى درجة الحرارة عند ١٥-١٦°م عند ذوبان القاعدة ، ويكون المحلول رائق.

• حمض الهيدروكلوريك 0.5N HCl :

يحضر حمض الهيدروكلوريك 0.5N HCl.

• كاشف الفينولفيثالين :

١٪ في ٩٥٪ إيثانول.

الأدوات

• مكثف مرتد.

• سحاحات.

• ماصات.

• أقماغ.

• حمام مائي.

• ميزان حساس.

طريقة العمل

- ١- زن بدقة ٥ جرام من الدهن الذائب أو الزيت في دورق تقطير سعته ٢٥٠-٣٠٠ مل والموصل بمكثف.
- ٢- زن العينة ، وسجل الوزن.
- ٣- أضف ٥٠ مل من هيدروكسيد البوتاسيوم الكحولي إلى الدورق.
- ٤- حضر العينة الضابطة فقط بوضع ٥٠ مل من هيدروكسيد البوتاسيوم الكحولي في دورق سعته ٢٥٠-٣٠٠ مل.
- ٥- أضف عدداً من حجر الغليان إلى دورق العينة (زيت أو دهن).
- ٦- وصل الدورق الذي توجد فيه العينة إلى المكثف وسخن بلطف في حمام مائي أو على مسخن ، حتى تكون العينة راققة وهذا يبين انتهاء عملية التصبن (يحتاج من ٣٠-٦٠ دقيقة).
- ٧- برد في نهاية المدة دورق التقطير وافصل الدورق عن المكثف واترك العينة تبرد عند درجة حرارة الغرفة.
- ٨- أضف ١ مل من الفينولفثالين إلى العينة وعاير المتبقي من هيدروكسيد الصوديوم بمحلول HCl 0.5N (من السحاحة) حتى يختفي اللون الزهري.
- ٩- سجل الحجم المستخدم في المعايرة.
- ١٠- أعد ذلك للعينة الضابطة.

الحسابات

رقم التصبن	حجم المعايرة (مل)	الوزن (جرام)	العينة
			١
			٢

X' =

معايرة الضابطة (مل):

• العينة (١) =

• العينة (٢) =

X' =

يحسب رقم التصبن في كمية حمض الهيدروكلوريك المستخدم لمعايرة كل من العينة والعينة الضابطة ، كمية هيدروكسيد البوتاسيوم المستخدم في تصبن الدهن كما في المعادلة

$$\frac{56.1 \times N \times (B-S)}{W} = \text{رقم التصبن}$$

حيث:

B = حجم حمض HCl اللازم لمعايرة العينة الضابطة.

S = حجم حمض HCl اللازم لمعايرة العينة.

N = عيارية حمض HCl.

56.1 = الوزن الجزيئي ل KOH.

W = وزن العينة (الدهن) بالجرام.

Iodine Number رقم اليود (١٤,٣)

طريقة (Wijis)

مقدمة

يُعرف الرقم اليودي بأنه عدد جرامات الهالوجين معبراً عنها باليود التي يمتصها ١٠٠ جرام من الزيت أو الدهن وهي قياس لدرجة عدم التشبع في العينات. يعامل الدهن أو الزيت بزيادة من محلول اليود أو أي هالوجين آخر يتفاعل مع الأجزاء غير المشبعة من جزئيات الدهن أو الزيت.

ويتحرر اليود من المحلول الزائد عن التفاعل بإضافة يوديد البوتاسيوم وتقدير كمية اليود المتحررة بالمعايرة بمحلول معياري من ثيوكبريتات الصوديوم، وبحسب اليود المتفاعل مع الروابط المزدوجة لتقدير الرقم اليودي. الهدف: قياس الرقم اليودي للزيوت والدهون.

الكيمائيات

- حمض الخليك.
- رباعي كلوريد الكربون CCl_4 .
- كلورفوم.
- حمض هيدروكلوريك HCl.
- أيودين.
- كرومات البوتاسيوم.
- يوديد البوتاسيوم.
- ثيوكبريتات الصوديوم.
- نشا ذائب.

المحاليل

• محلول يوديد البوتاسيوم ١٥٪:

أذب ١٥٠ جراماً من KI في ماء مقطر خالٍ من المعادن وخفف إلى لتر.

• محلول ثيوكبريتات الصوديوم (0.1 N):

١- أذب ٢٥ جراماً من ثيوكبريتات الصوديوم في ١ لتر ماء مقطر وخالٍ من المعادن أغلٍ بلطف لمدة ٥ دقائق، انقله وهو حار إلى زجاجة (تأكد من أن تكون الزجاجة نظيفة ومقاومة للحرارة) وأحفظ المحلول في ظلام ومكان بارد، استخدم هذه الطرق لمعايرة ثيوكبريتات الصوديوم.

٢- زن ٠.٢٠ - ٠.٢٣ جرام من كرومات البوتاسيوم ($K_2Cr_2O_7$) المحففه عند درجة حرارة ١٠٠°م لمدة ساعتين.

٣- أذب ٢ جرام من KI في ماء خالي من الكلورين.

٤- أضف الماء إلى كرومات البوتاسيوم، ومن ثم إلى ذلك المحلول أضف مع التقليب ٢٠ مل من HCL (1M) وضعها في الحال في الظلام لمدة ١٠ دقائق.

٥- عاير حجم معلوم من هذا المحلول مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم مضيئاً محلول نشا بعدما يستهلك أكثر الأيودين.

• محلول كاشف النشا ١٪ (يحضر يومياً طازج):

اخلط ١ جرام نشا ذائب مع كمية مناسبة من الماء المقطر (dd)، أضف ١٠٠ مل ماء مقطر مغلي وأغلي مع التحريك لمدة ١ دقيقة.

• محلول ويجيز Wijs:

١- أذب ١٠ جرام ICl_3 في ٣٠٠ مل CCl_4 و ٧٠٠ مل حمض الخليك الثلجي،

عاير هذا المحلول مع 0.1N ثيوكبريتات الصوديوم (٢٥ مل من محلول ويجيز من المفترض أن يستهلك 3.4-3.7 mEq من الثيوكبريتات).

- ٢- أضف كمية مناسبة من اليودين للمحلول حوالي ٢٥ مل من المحلول تحتاج حوالي مرة ونصف (mEq) من المعايرة الأصلية.
- ٣- ضع المحلول في زجاجة داكنة.
- ٤- احفظ في الظلام عند درجة حرارة أقل من ٣٠°م.

الأدوات

- كأس سعة ٢٥٠ مل.
- قمع بخنر.
- سحاحة.
- مخابير مدرجة ٢٥ مل و ١٠٠ مل.
- ماصة حجمية.
- ميزان حساس.
- لوح تسخين.

طريقة العمل

- ١- أذب العينة ورشحها من خلال دورق ترشيح للتخلص من أي شوائب.
- ٢- زن بدقة ٠,١ - ٠,٥ جرام من العينة في دورق مخروطي نظيف.
- ٣- أذب الزيت أو الدهن في ١٠ مل من كلوروفورم.
- ٤- حضر مباشرة عيني ضابطة تحتوي على جميع الكواشف باستثناء الدهن

أو الزيت.

- ٥- أضف ٢٥ مل من محلول وجز إلى الدورق.
- ٦- أغلق الدورق ودعه في الظلام لمدة ٣٠ دقيقة مع الرج بين فترة وأخرى.
- ٧- أضف ٢٠ مل من محلول يوديد البوتاسيوم مع الرج جيداً.

٨- أضف ١٠٠ مل ماء مقطر مع مراعاة شطف غطاء الدورق جيداً لإزالة أي يود عالق به.

٩- عاير المزيج ببطء باستخدام محلول ٠,١ عياري من ثيوكبريتات الصوديوم، مع الرج حتى اختفاء اللون الأصفر لليود، عند ذلك أضف ١-٢ مل من دليل النشا ثم استكمل المعايرة حتى اختفاء اللون الأزرق (تأكد أن تحريك الدورق يكفي لزوال جميع آثار اللون الأزرق من المحلول).
١٠- سجل الحجم.

الحسابات

رقم اليود	حجم المعاير (مل)	الوزن (جم)	العينة

X'=

= العينة الضابطة (مل)

• العينة ١ =

• العينة ٢ =

X'=

احسب رقم اليود كما في المعادلة:

$$\text{رقم اليود} = \frac{(B-S) \times N \times 126.9}{100 \times W}$$

رقم اليود: جرام يود قمعي لكل ١٠٠ جم عينة

B = حجم ثيوكبريتات (المعايرة) للعينة الضابطة.

S = حجم ثيوكبريتات (المعايرة) اللازم لمعايرة العينة.

N = عيارية $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mol/1000ml)

126.9 الوزن المكافئ (MW) لليود.

W = وزن العينة

ملحوظة: الرقم اليودي مقياس لدرجة عدم التشبع حيث كلما زادت درجة عدم التشبع كلما زاد الرقم اليودي للزيت أو الدهن.

الرقم اليودي	أمثلة	نوع الزيت أو الدهن
٧٠-٣٠	زبد	دهون حيوانية
١١٠-٨٠	زيت زيتون، زيت فول سوداني	زيوت غير صلبة
٢٠٠-١٢٥	زيت بذرة الكتان، زيت دوار الشمس	زيوت صلبة

(١٤,٤) رقم البيروكسيد

Peroxide Value

مقدمة

يعبر عن رقم البيروكسيد مللي مكافئ من البروكسيد لكل كيلوجرام من الدهون والذي يقاس بطريقة المعايرة لقياس كمية البيروكسيد أو مجموعة الهيدروبيروكسيد.

الهدف: قياس رقم البيروكسيد في الزيوت أو الدهون يعطي دلالة التزنخ التأكسدي.

الكيمائيات

- حمض الخليك.
- كلوروفورم.
- حمض الهيدروكلوريك.
- كرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$.
- يوديد البوتاسيوم.
- ثيوسلفات الصوديوم.
- نشا.

المحاليل

- محلول حمض الخليك الثلجي - الكلوروفورم:
- يخلط نسبة (٣:٢) حمض الخليك: كلوروفورم.
- محلول يوديد البوتاسيوم المشبع:

١- أذب كمية زائدة من KI في ماء مقطر (لابد أن يبقى مادة غير ذائبة في المحلول).

٢- خزن في الظلام.

٣- لابد من الاختبار قبل الاستخدام بإضافة ٠,٥ مل من محلول حمض الخليك مع كلوروفورم ثم أضف نقطتان من الكاشف (١٪ نشأ)، إذا تحول لون المحلول إلى الأزرق أضف أكثر من نقطة من 0.1 N محلول الثيوسلفات للتخلص من اللون.

• محلول ثيوسلفات الصوديوم 0.2 N :

١- أذب ٥٠ جرام من ثيوسلفات في لتر ماء مقطر خالٍ من العناصر (dd)، أغل لمدة ٥ دقائق، انقله مباشرة إلى زجاجة (تأكد أن الزجاجة نظيفة وتتحمل الحرارة).

٢- احفظ المحلول في مكان مظلم.

٣- لمعايرة محلول ثيوسلفات الصوديوم زن ٠,٢ - ٠,٢٣ جرام من كرومات

البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$.

٤- أذب ٢ جرام من يوديد البوتاسيوم في ٨٠ مل ماء خالٍ من الكلور، ثم أضفه إلى كرومات البوتاسيوم، ثم أضف ٢٠ مل من 1M HCl مع التحريك واحفظه في مكان مظلم لمدة ١٠ دقائق.

٥- عاير حجم معلوم من المحلول مع محلول ثيوسلفات الصوديوم مضافاً

محلول النشأ، كلما استهلك الأيودين.

• دليل النشا ١٪:

- ١- اخلط ١ جرام من النشا الذائب في كمية مناسبة من الماء المقطر البارد.
- ٢- أضف ١٠٠ مل ماء مقطر مغلي ، ثم أغل لمدة دقيقة واحدة مع التحريك.

الأدوات

- كأس ٢٥٠ مل.
- قمع بخنر.
- سحاحة.
- مخابير مدرجة.
- ماصة حجمية.
- ميزان.
- لوح تسخين.

طريقة العمل

- ١- أذب العينة ورشحها من خلال ورقة ترشيح وتخلص من الشوائب.
- ٢- زن بدقة ٥ جرام من الدهن أو الزيت في دورق مخروطي نظيف.
- ٣- أضف ٣٠ مل من محلول حمض الخليك والكلوروفورم وحرك الدورق لإذابة المادة الدهنية.
- ٤- أضف ٠,٥ مل من محلول يوديد البوتاسيوم المشبع واغلق الدورق واتركه لمدة دقيقة مع الرج ، أضف ٣٠ مل من ماء (dd).
- ٥- عاير المزيج ببطة باستعمال محلول ٠,١ عياري من ثيوكبريتات الصوديوم مع الرج الشديد حتى اختفاء اللون الأصفر لليود.
- ٦- أضف ٠,٥ مل من ١٪ دليل النشا واستكمل المعايرة حتى يكاد يختفي اللون الأزرق.

٧- سجل حجم المعايرة المستخدمة.

٨- أجرِ اختبار عينة ضابطة بتطبيق جميع الخطوات السابقة بدون وجود عينة

المادة الدهنية.

الحسابات

رقم البروكسيد	حجم المعايرة (مل)	الوزن (جم)	العينة
			١
			٢

X' =

= العينة الضابطة (مل)

• العينة (١)

• العينة (٢)

X' =

$$1000 \times \frac{(S-B) \times N}{W} = \text{رقم البروكسيد}$$

رقم البروكسيد = Kg/mEq عينة.

S = حجم المعايرة (مل) من العينة.

B = حجم المعايرة (مل) من الضابطة.

N = عيارية $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

1000 = وحدة التحويل g/Kg.

W = وزن العينة.

(١٤,٥) تقدير قيمة الأحماض الدهنية الحرة

Free Fatty Acid Value

مقدمة

رقم الحموضة أو رقم الأحماض الدهنية الحرة يعبر عن كمية الأحماض الدهنية المتحللة من الجلسريدات الثلاثية وهو عدد ملجرامات هيدروكسيد البوتاسيوم اللازمة لمعادلة الحموضة المنفردة من ١ جم من العينة والتي تتخذ كدليل عن حالة الزيت أو الدهن وومن ثم مدى قابليته للاستهلاك الآدمي.

الهدف: قياس رقم الأحماض الدهنية الحرة في الزيوت والدهون.

الكيمويات

- إيثانول.
- فينول فيثالين.
- هيدروكسيد الصوديوم.

المحاليل

• الإيثانول :

عادل ٩٥٪ إيثانول إلى اللون الزهري بقاعدة و فينول فيثالين.

• كاشف فينول فيثالين.

أذب ١ جم فينول فيثالين في ٥٠ مل ٩٥٪ إيثانول ، خفف باستخدام ماء مقطر

خالٍ من العناصر (dd) ، أكمل إلى ١٠٠ مل.

• هيدروكسيد الصوديوم (0.1N).

الأدوات

• كأس سعة ٢٥٠ مل.

• قمع بخنر.

- سحاحة.
- مخابير مدرجة.
- ماصة حجمية.
- ميزان حساس.
- لوحة تسخين.

طريقة العمل

- ١- أذب العينة ورشحها من خلال ورقة ترشيح لتخلص من الشوائب.
- ٢- زن ٥ جم من العينة المنصهرة (دهن أو زيت) في الدورق المخروطي سعه ٢٥٠ مل.
- ٣- أضف ١٠٠ مل من الإيثانول المعادل و٢ مل من كاشف فينول فيثالين.
- ٤- رج الدورق لإذابة الدهن.
- ٥- عاير المزيج مع (0.1N NaOH) مع الرج الشديد حتى تصل إلى نقطة النهاية بظهور اللون الأحمر الوردي.
- ٦- سجل حجم المعايرة المستخدمة.
- ٧- استخدم المعلومات التالية لتأكد من أن وزن العينة المستخدمة صحيح وفي نطاق رقم الحموضة وهذا يحدد الوزن المستخدم للعملية التالية :

القاعدة قوة القلوي	الكحول (مل)	العينة (جم)	الأحماض الدهنية الحرة % (FFA)
0.1N	50	56.4	0.2 – 00
0.1N	50	28.2	1 – 0.2
0.25 N	75	7.05	30 – 1

٨- أعد الفقرات من ١-٣ سجل كل وزن للعينة وحجم المعاير.

الحسابات

العينة	الوزن (جم)	حجم المعايرة (مل)	(FFA) رقم الأحماض الدهنية الحرة
١			
٢			
٣			

X=

$$\%FFA \text{ (as oleic)} = \frac{V \times N \times 282}{W} \times 100$$

%FFA = نسبة الأحماض الدهنية الحرة (g/100g) كحمض الأوليك.

V = حجم NaOH المستخدمة في المعايرة (مل).

N = عيارية (NaOH) المستخدمة في المعايرة (mol/1000 ml).

282 = الوزن الجزيئي لحمض الأوليك (g/mol).

W = وزن العينة (و).