

C. YAĞ TEKNOLOJİSİ

C1. Peroksit Sayısı ve İyot Sayısı Tayini

Peroksit Sayısı (Asetik Asit-kloroform Yöntemi)

1. İlke

Peroksit sayısı, yağlardaki aktif oksijen miktarının ölçüsü olup, 1000 gram örnekteki aktif oksijenin miliekivalent olarak eşdeğeridir. Test koşullarında potasyum iyodürü (KI) okside eden maddelerin tümünü kapsamaktadır. Bu maddeler, genellikle peroksitler veya benzeri diğer yağ oksidasyon ürünleri olarak değerlendirilmektedir. Bu yöntem margarin dahil tüm bitkisel ve hayvansal yağlara uygulanabilmektedir.

2. Kimyasallar

Kloroform — Buzlu asetik asit — Doymuş KI çözeltisi — Sodyum tiyosülfat çözeltisi — Nişasta çözeltisi

3. Gereçler

Pipet — 0.5 mL — Erlenmayer, ağzı traşlı, kapaklı, 250 mL hacimli — Büret

4. İşlem

1. 5.00 ± 0.05 g örneği 250 mL'lik ağzı traşlı ve kapaklı erlene tartınız ve 30 mL asetik asit/kloroform çözeltisi (3:2) ilave ederek örneği çözünüz. Daha sonra bu karışıma 0.5 mL doymuş KI çözeltisi ilave ediniz.

2. Bir dakika boyunca sürekli çalkalayınız ve 30 mL destile su ilave ediniz.

3. Birkaç damla (0.5 mL) nişasta indikatörü ilave edip renk dönümünü gördükten sonra 0.1 N sodyum tiyosülfat ile titre ediniz ve sarfiyatı kaydediniz.

4. Dikkat edilecek hususlardan biri de şahit deneyidir. Şahit deneyinde örnek kullanılmaksızın tüm aşamalar tekrarlanır. Sarfiyat 0.1 mL'yi geçmemelidir.

5. Hesaplama ve değerlendirme

$$\text{Peroksit değeri (meq O}_2\text{ / kg örnek)} = \frac{(S-B) \times N \times 1000}{P}$$

B:Şahit deney sonucunda harcanan sarfiyat (mL)

S:Örneğin titrasyonunda harcanan sarfiyat (mL)

N:Sodyum tiyosülfat çözeltisinin normalitesi

P: Alınan örnek miktarı (g)

Kaynaklar

AOCS Methods (Cd 8-53)

İyot Sayısı Tayini

1. Genel Bilgi

İyot sayısı yağlarda doymamışlığın ölçüsü olup, 100 g yağın bağladığı iyot miktarının belirlenmesi esasına dayanmaktadır.

2. İlke

Belirli miktarda yağ numunesi karbon tetraklorürde çözündürüldükten sonra, wijs reaktifi ile muamele edilerek yağ asitlerindeki çift ve üçlü bağlara halojenür bağlanması ve arta kalan iyot monoklorürün KI ile indirgenerek açığa çıkan iyodun sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edilerek tespit edilmesi ilkesine dayanır.

3. Kimyasallar

% 10 luk (m/v) Potasyum İyodür Çözeltisi — 0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi, ayarlı — Buzlu Asetik Asit (etanol veya oksidan madde ihtiva etmeyen) — Karbon tetra klorür (oksidan madde ihtiva etmeyen) (Oksidan madde araştırılması: 1 mL doymun $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi, 2 mL $d=1.84$ olan H_2SO_4 ile karıştırılır. 10 mL reaktif eklenir, çalkalanır. Rengin yeşile dönmesi oksidan maddenin varlığını gösterir) — İyot (saf yeniden süblime edilmiş) — İyot tri klorür veya iyot mono klorür — % 0.5 lik (m/v) Nişasta Çözeltisi — Wijs Çözeltisi (9 g iyot triklorür (ICl_3) 700 mL glacial asetik asit ve 300 mL karbon tetra klorürde çözülür. Çözeltiden 5 mL alınır ve 5 mL % 10 luk KI çözeltisi ve 30 mL su ilave edilir. Açığa çıkan iyot nişasta çözeltisi indikatörlüğünde sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Reaktifin kalan kısmına 10 g süblime edilmiş iyot katılır ve çalkalanarak tamamen çözülür. Serbest iyot miktarı yukarıdaki gibi titre edilir. 5 mL için harcanan sodyum tiyosülfat çözeltisi miktarı ilk tayindekinin 1.5 katı sınırını hafifçe aşmalıdır. Böylece yan reaksiyonlara yol açacak iyot tri klorür kalmaması sağlanmış olur. Hazırlanan reaktif, durulması için bir süre bekletilir. Kahverengi bir başka şişeye bulandırılmadan, dekante edilir. Ağzı sıkıca kapatılarak karanlık bir yerde muhafaza edilir. Bu şekilde hazırlanmış çözelti aylarca kullanılabilir.

4. Gereçler

Hassas laboratuvar terazisi

5. İşlem

Numune katı ise eritilir ve gerekirse erime noktasının $10\text{ }^\circ\text{C}$ yukarısına kadar çıkılır. Üzerine 4 g susuz sodyum sülfat ve 1 g süzme yardımcı maddesi (kum vb.) koyularak süzülür. Süzüntü tamamen berrak olmalıdır.

Beklenen iyot sayısına göre aşağıda belirtilen miktarda örnek 250 mL lik cam kapaklı bir erlen içine 0.0001 g duyarlılıkla tartılır.

5 e kadar	3.0 gram
5-20	1.0 gram
21-50	0.6 gram

51-100	0.3 gram
101-150	0.2 gram
151-200	0.15 gram

Yağı çözmek için 15 mL karbon tetra klorür ve tam 25 mL Wijs çözeltisi katılır. Erlenin kapağı kapatılıp hafif çalkalanır. Karanlıkta 1 saat bekletilir. 150 mL su ve 20 mL % 10 luk Potasyum iyodür çözeltisi ilave edilir. 0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisiyle iyodun sarı rengi açılıncaya kadar titre edilir. Renk açıldıktan sonra birkaç damla nişasta indikatörü eklenir. Oluşan mavi renk kaybolup, tamamen beyaz renk elde edilinceye kadar titrasyona devam edilir. Bir de tanık deney yapılır.

6. Hesaplama ve değerlendirme

$$\text{İyot Sayısı} = \frac{N \times (V_2 - V_1) \times 0,1269}{m} \times 100$$

N:Sodyum tiyosülfat çözeltisinin normalitesi
V₂=tanık deneyde harcanan sodyum tiyosulfat miktarı, mL
V₁=örnek için harcanan sodyum tiyosulfat miktarı, mL
m =örnek miktarı, g

Kaynaklar

TS 4961 / Şubat 1997