

**FRACCIÓ INSAPONIFICABLE EN GREIXOS****OBJECTE I FONAMENTS**

Fracció insaponificable d'un greix és el pes en grams de substàncies no saponificables, insolubles en aigua i solubles en el dissolvent emprat a la determinació, contingudes en 100 grams de greix.

El mètode descrit és satisfactori per greixos de contingut insaponificable baix i mig.

**MATERIAL**

Balança analítica.

Bany d'aigua.

Dessecador.

Embut de decantació de 500 ml.

Estufa de dessecació.

Flascó rentador.

Matrassos esmerilats 29/32 de 250 ml (2)

Muntatge per destil·lació.

Placa calefactora.

Proveta de 25 ml

Proveta de 50 ml

Refrigerant de reflux

**REACTIUS**

Aigua destil·lada.

Alcohol etílic del 96% pa.

Èter de petroli pe 40-60 °C pa.

Gel de sílice.

Hidròxid de potassi 2N, sol alcohòlica (dissoldre 28'3 grams de hidròxid de potassi del 85 % en lletilles pa fins a 250 ml en alcohol etílic del 96 % pa).

**METODOLOGIA**

- 1.- Pesar exactament al voltant de 5 grams de greix exempt d'humitat en un matràs esmerilat 29/32.
- 2.- Afegir 50 ml de solució alcohòlica d'hidròxid de potassi 2N i deixar 1 hora a reflux suau.
- 3.- Separar la font de calor i afegir per la part superior del refrigerant 50 ml d'aigua destil·lada; sacsejar i deixar refredar.
- 4.- Transvasar el contingut del matràs a un embut de decantació, rentant el matràs en petites porcions d'èter de petroli, fins totalitzar 50 ml.
- 5.- Agitar enèrgicament durant 1 minut. Deixar en repòs per separar les dues fases.

Passar a un altre embut de decantació la fase sabonosa hidroalcohòlica.

6.- Extraure la fase sabonosa del segon embut de decantació amb 50 ml d'èter de petroli; separar les dues fases, transferint la fase sabonosa al matràs de reflux i la fase etèria al 1er embut de decantació.

7.- Passar la fase sabonosa del matràs de reflux al segon embut de decantació, rentant amb 50 ml d'èter de petroli; fer una altre extracció.

8.- Rebutjar la fase sabonosa i reunir totes les fases etèries en el 1r embut de decantació. Rentar tres cops amb porcions de 50 ml de alcohol-aigua (1:1).

9.- Transferir la fase etèria a un matràs de 250 ml esmerilat 29/32, sec i prèviament tarat i eliminar el dissolvent per destil·lació al bany d'aigua bullint (pot utilitzar-se, per comoditat un muntatge de Soxhlet).

10.- Assecar en estufa a 105°C per 20 minuts i refredar en dessecador. Repetir la operació fins pes constant.

## CÀLCULS

Resultat expressat en % de fracció insaponificable:

$$\text{Insaponificable(\%)} = \frac{100 \cdot m'}{m}$$

essent  $m'$  el pes del residu insaponificable i  $m$  el pes de la mostra.

## OBSERVACIONS

En els certificats d'anàlisi cal indicar "*mètode de l'èter de petroli*".

---

### Qüestionari 13.9.- Fracció insaponificable en greixos

- 1.- Escriure la reacció de saponificació d'un greix.
- 2.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 3.- Deduir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs.
- 4.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".