

Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 13.9
FRACCIÓN INSAPONIFICABLE EN GRASAS		

OBJETIVO Y FUNDAMENTOS

Fracción insaponificable de una grasa es el peso en gramos de sustancias no saponificables, insolubles en agua y solubles en el disolvente empleado en la determinación, contenidos en 100 gramos de grasa.

El método descrito es satisfactorio para grasas de contenido insaponificable bajo y medio.

MATERIAL

Balanza analítica.

Baño de agua.

Desecador.

Embudos de decantación de 500 ml.

Estufa de desecación.

Frasco lavador.

Matraces esmerilados 29/32 de 250 ml (2)

Montaje para destilación.

Placa calefactora.

Probeta de 25 ml.

Probeta de 50 ml.

Refrigerante de reflujo.

REACTIVOS

Agua destilada.

Alcohol etílico del 96% pa.

Éter de petróleo pe 40-60 °C pa.

Gel de sílice.

Hidróxido de potasio 2N, sol. alcohólica (disolver 28'3 gramos de hidróxido de potasio del 85 % en lentejas pa. hasta 250 ml en alcohol etílico del 96 % pa).

METODOLOGÍA

- 1.- Pesar exactamente alrededor de 5 gramos de grasa exento de humedad en un matraz esmerilado 29/32.
- 2.- Añadir 50 ml de solución alcohólica de hidróxido de potasio 2N y dejar 1 hora a reflujo suave.
- 3.- Separar la fuente de calor y añadir 50 ml de agua destilada por la parte superior del refrigerante ; sacudir y dejar enfriar.
- 4.- Transvasar el contenido del matraz a un embudo de decantación, lavando el matraz con pequeñas porciones de éter de petróleo, hasta totalizar 50 ml.

- 5.- Agitar enérgicamente durante 1 minuto. Dejar en reposo para separar las dos fases. Pasar la fase jabonosa hidroalcohólica otro embudo de decantación .
- 6.- Extraer la fase jabonosa del segundo embudo de decantación con 50 ml de éter de petróleo; separar las dos fases, transfiriendo la fase jabonosa al matraz de reflujo y la fase etérea al primer embudo de decantación.
- 7.- Pasar la fase jabonosa del matraz de reflujo al segundo embudo de decantación, lavando con 50 ml de éter de petróleo; hacer otra extracción.
- 8.- Rechazar la fase jabonosa y reunir todas las fases etéreas en el primer embudo de decantación. Lavar tres veces con porciones de 50 ml de alcohol-agua (1:1).
- 9.- Transferir la fase etérea a un matraz de 250 ml esmerilado 29/32, seco i previamente tarado y eliminar el disolvente por destilación al baño de agua hirviente (sugerencia: utilizar un montaje Soxhlet, para mayor comodidad).
- 10.- Secar en estufa a 105°C durante 20 minutos y enfriar en desecador. Repetir la operación hasta peso constante.

CÁLCULOS

Resultado expresado en % de fracción insaponificable:

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

siendo m' el peso del residuo insaponificable y m el peso de la muestra.

OBSERVACIONES

En los certificados de análisis debe indicarse "*método del éter de petróleo*".

Cuestionario 13.9. - Fracción insaponificable en grasas

- 1.- Escribir la reacción de saponificación de una grasa.
- 2.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 3.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.
- 4.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".