

**ÀCIDS OXIDATS EN GREIXOS****OBJECTE I FONAMENTS**

Aquest mètode determina els àcids oxidats continguts en un greix, expressats com a matèria grassa insoluble en èter de petroli.

**MATERIAL**

Balança analítica.  
Bany d'aigua.  
Càpsula de porcellana.  
Cremador Bunsen.  
Dessecador.  
Embut de decantació (2).  
Estufa de dessecació.  
Flascó rentador.  
Forn de mufla,  
Matrassos esmerilats 29/32 de 250 ml (2).  
Placa calefactora.  
Proveta de 100 ml.  
Proveta de 25 ml.  
Proveta de 50 ml  
Refrigerant de reflux.  
Triangle ceràmic.

**REACTIUS**

Àcid clorhídric 1N sv.  
Aigua destil·lada.  
Alcohol etílic neutre 96 % pa.  
Èter de petroli 40-60°C bidestil·lat pa.  
Èter etílic pa.  
Gel de sílice.  
Hidròxid de potassi 2N sv alcohòlica ( per a la seva preparació, consultar la pràctica 13.9).

**METODOLOGIA**

- 1.- Pesar exactament al voltant de 5 grams de greix exempt d'aigua en un matràs esmerilat 29/32 de 250 ml.
- 2.- Afegir 50 ml de dissolució 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 25 ml d'aigua destil·lada; sacsejar i deixar refredar.
- 4.- Transvasar el contingut del matràs a un embut de decantació, rentant el matràs amb

25 ml d'aigua destil·lada i 100 ml d'èter etílic pa.

5.- Tapar i sacsejar durant 1 minut. Deixar reposar per separar dues capes. Si apareix una emulsió persistent, afegir unes gotes d'àcid clorhídric 1N sv.

6.- Separar la capa hidroalcohòlica i transferir-la al matràs de saponificació; passar la capa etèria a un segon embut de decantació, i rentar-la dos cops amb porcions de 40 ml d'aigua destil·lada; ajuntar les aigües de rentat amb la fracció hidroalcohòlica.

7.- Connectar el matràs de la fase hidroalcohòlica i de les aigües de rentat de l'èter a un muntatge per destil·lació (pot servir un Shoxlet) i evaporar fins eliminació del alcohol etílic i de les traces d'èter (prova d'olor).

8.- Transvasar el contingut del matràs a un embut de decantació, arrossegant el residu amb aigua destil·lada, fins totalitzar un volum de aproximadament 150 ml.

9.- Afegir dissolució d'àcid clorhídric 1N sv fins que no quedi escuma després de sacsejar durant 2 minuts (començar de cop amb 51 ml de solució àcida).

10.- Afegir 100 ml d'èter de petroli i sacsejar 1 minut; deixar reposar un mínim de 12 hores.

11.- Decantar l'aigua àcida i filtrar la fracció etèria sobre un filtre lent.

12.- Rentar dues vegades el tub de decantació amb 25 ml d'èter de petroli i filtrar (si cal, fer més rentats amb petites porcions).

13.- Dissoldre amb alcohol etílic calent els àcids oxidats (3 o 4 rentats amb porcions de 25 ml) continguts al tub de decantació i al filtre i transferir la solució alcohòlica d'àcids oxidats a un matràs esmerilat 29/32 de 250 ml.

14.- Evaporar l'alcohol fins un volum molt petit ( uns quants ml).

15.- Transvasar el residu a una càpsula de porcellana calcinada i tarada, rentant amb petites porcions d'èter etílic.

16.- Evaporar en bany d'aigua, fins desaparició de l'olor d'èter i d'alcohol i aparició d'una olor agre

17.- Dessecar en estufa a 103°C durant 1/2 hora; refredar en dessecador. Repetir el procés fins pes constant.

18.- Calcinar el residu (per determinar les sals minerals extretes conjuntament amb els àcids oxidats), deixar refredar la càpsula en el dessecador i pesar.

## CÀLCULS

Resultat expressat en % d'àcids oxidats:

$$\text{Àcids oxidats(\%)} = \frac{100 \cdot (m' - m'')}{m}$$

a on:

$m'$  = pes en grams de àcids oxidats + sals minerals.

$m''$  = pes en grams de les sals minerals.

$m$  = pes en grams de la mostra.

## OBSERVACIONS

El mètode té caràcter totalment empíric, i cal observar estrictament les condicions descrites. Qualsevol modificació assajada cal que sigui verificada acuradament i contrastada estadísticament.

**Qüestionari 13.10.- Àcids oxidats en greix**

- 1.- Quin tipus de compostos poden originar-se per l'oxidació dels àcids grassos?; escriure'n la fórmula d'uns quants.
- 2.- Fer l'esquema gràfic del procediment analític.
- 3.- Deduir raonadament la fórmula utilitzada en els càlculs.
- 4.- Confeccionar el corresponent "butlletí d'anàlisi".