

EKSTRAKSİYON YÖNTEMİYLE YAĞ TAYINI

AMAÇ

Bu öğrenme faaliyeti sonunda uygun ortam sağlandığında analiz metoduna uygun olarak ekstraksiyon yöntemiyle yağ tayini yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

Bu faaliyet öncesinde yapmanız gereken öncelikli araştırmalar şunlardır:

- Ø Sokselet (soxhelet) ekstraksiyon cihazı hangi ünitelerden oluşur? Bu üniteleri oluşturan araç gereçleri listeleyiniz.
- Ø Sokselet (soxhelet) ekstraksiyonu hangi gıdalarda yağ analizi için kullanılır?

EKSTRAKSİYON YÖNTEMİYLE YAĞ TAYINI

2.1. Genel Bilgi

Gıdalardaki yağ miktarı süt ve süt ürünlerinde Gerber yöntemiyle, bunun dışında kalan gıdalarda ise sokselet (soxhelet) yöntemiyle saptanmaktadır.

Bu yöntemde çözücü olarak normal pentan veya hekzan kullanılır. Bu çözücülerin bulunamaması durumunda, kaynama noktası 40-60°C arasında olan, bromür sayısı 1'den az ve kalıntı bırakmayan petrol eteri de kullanılabilir.

2.2. İlkesi

Sokselet (soxhelet) ekstraksiyon cihazı kullanılarak uygun bir çözücü ile örnekteki yağın ekstrakte edilmesi ilkesine dayanır.

Bu şekilde örnekten elde edilen yağ miktarı, yöntemde belirtilen şartlarda ekstrakte edilen maddenin tümüdür ve % olarak ifade edilir.

2.3. Kullanılan Araç Gereçler

- Ø Normal pentan veya hekzan (bulunamazsa petrol eteri)
- Ø Etüv: 105-110°C ± 2 sıcaklık aralığında çalışabilen cihazdır.
- Ø Sokselet ekstraksiyon cihazı: Sürekli çalışabilen, su giriş ve çıkışları bulunan, ısıtıcı ve damıtma bölümleri olan düzenektir.



Resim 2.1:Sokselet ekstraksiyon cihazı

Ø **Damıtma kartuşu:** Yağından arındırılmış olmalıdır.



Resim 2.2 :Damıtma kartuşu

- Ø **Laboratuvar havanı veya değirmeni**
- Ø **Sünger taşı veya cam boncuk:** 3mm çapında ve kurutulmuş olmalıdır.
- Ø **Cam pamuğu:** Yağından arındırılmış olmalıdır.
- Ø **Cam balon:** 200-250 ml' lik yıkanıp kurutulmuş ve içinde 2-3 tane cam boncuk bulunan cam balon kullanılmalıdır.
- Ø **Su banyosu:** 80-100 °C' ayarlı su banyoları kullanılmalıdır.
- Ø **Desikatör** 40-60'lık desikatörler kullanılabilir.
- Ø **Analitik terazi:** $\pm 0,001$ g duyarlılıkta olmalıdır.

2.4. Deney Numunesinin Hazırlanması

- Ø Analiz edilecek örneğin nem oranının %10'un altında olması için örnek bir kurutma kabına konarak 80°C'den fazla olmayan sıcaklıkta etüvde kurutulur.Hava geçirmeyen bir kap içinde muhafaza edilir.
- Ø Her örneğin öğütülmesinden önce ve sonra öğütücü iyice temizlenmelidir. Çünkü öğütücünün iç yüzeyine yapışan her türlü materyal öğütülecek numunenin oranını azaltır.
- Ø Temizlenen öğütücüye bir miktar örnek konularak öğütülür. Öğütücü yoksa bu işlem blender veya havanda da yapılabilir.

Yağ ekstraksiyonu, öğütmeden sonra 30 dakika içinde tamamlanmalıdır. Özellikle ekstrakte edilecek yağın serbest yağ asitleri içerikleri tayin edilecekse, bu durum daha da önemlidir.

2.5. İşlem Basamakları

- Ø Daha önce etüvde kurutulmuş ve desikatörde soğutulmuş olan ve içinde iki tane cam boncuk bulunan balon 1mg duyarlılıkta tartılarak darası alınır.
- Ø Örnek , öğütüldükten sonra yaklaşık 5-10 g \pm 0.5 mg duyarlılıkta tartılır.
- Ø Tartılan numune, çözücü ile ıslatılmış küçük bir parça pamuk tampon kullanılarak kartuşa konur. Tartı kabındaki numunenin kartuşa aktarılmasında öğütülmüş en ufak bir zerresi kalmamalıdır. Kullanılan pamuk tampon ile kartuş kapatılır.
- Ø Kartuş ekstraktöre yerleştirilir.
- Ø Balona yeterli miktarda (yaklaşık 150 ml-1.5 sifon hacmi) çözücü ilave edilir.
- Ø Balon, ekstraktör ve soğutucu birbirine bağlanır. Su banyosu veya ısıtıcı tabla üzerine yerleştirilir.
- Ø Çözücü yavaş kaynayacak şekilde sıcaklık ayarlanır. Geri damıtma hızı dakikada en az üç damla olmalıdır.
- Ø 6-8 saatlik ekstraksiyon uygulanır.
- Ø Süre sonunda ekstraksiyon durdurulur .
- Ø Balonun içerisindeki çözücünün büyük bir kısmı damıtılarak geri alınır. Bu işlem sırasında yağ balonu içerisinde toplanan yağın yanmamasına dikkat edilmelidir.
- Ø Geriye kalan az miktardaki çözücünün uzaklaştırılması için cam balon 103 \pm 20C'ye ayarlı etüve konur.
- Ø Süre sonunda, desikatörde en az bir saat süreyle soğutulan balon 1mg duyarlılıkta tartılır.
- Ø Balon tekrar aynı sıcaklıktaki etüve konur ve 10 dakika beklendikten sonra soğutulup ikinci kez tartılır. İki tartım arasındaki fark 10 mg'dan fazla olmamalıdır.

Eğer fark varsa 10 mg'dan az oluncaya kadar balon 10'ar dakikalık süreyle tekrar etüve konur.

- Ø Balonun son ağırlığı kaydedildikten sonra içindeki yağ miktarı % yağ olarak formülden hesaplanır.

Yağ miktarı kuru madde üzerinden istenirse ;

- 1.Örnek önce etüvde kurutulur.
- 2.Kuru madde hesaplanır.
- 3.Daha sonra ekstraksiyon işlemi yapılır.
- 4.Yağ miktarı hesaplamada , örnek ağırlığı % kuru maddede bulunan sonuç alınarak hesaplanır.

Tebliğde:

Ayçiçeği tohumunda yağ içeriği % 45–63,

Fındıkta yağ içeriği % 60,

Kakaolu fındık ezmesinde yağ içeriği %28–30,

Sütlü çikolatada toplam yağ ≥ 25 'tir.

2.6. Hesaplanması:

$$\% \text{ Yağ (g /100 g)} = \frac{M_2 - M_1}{m} \times 100$$

Burada:

M_1 = Sabit tartıma getirilmiş balonun ağırlığı (g).

M_2 =Balonda son tartımda bulunan toplam yağ miktarı (g).

m = Alınan örneğin ağırlığı (g)dır.

ÖRNEK: Bir gıda maddesinde yağ analizi için örnekten 5.0184 g tartılmıştır. Cam balonun darası 98.2807 g dır.Ekstraksiyon işlemi sonunda balonda tartılan yağ miktarı ise 100.2923 g gelmiştir.Buna göre % yağ miktarını formüle göre hesaplayınız.

$$\% \text{ Yağ (g /100 g)} = \frac{100,2923 - 98,2807}{5,0184} \times 100$$

% Yağ(g/100g) = 40.08 g'dır.

UYGULAMA FAALİYETİ

Size verilen sucukta yağ miktarını tayin etme.

Kullanılacak Araç Gereçler

- Ø Petrol eteri
- Ø Etüv
- Ø Sokselet ekstraktörü
- Ø Damıtma kartuşu
- Ø Laboratuvar havanı
- Ø Cam boncuk
- Ø Süzgeç kâğıdı
- Ø Cam balon
- Ø Su banyosu veya ısıtıcı tabla
- Ø Desikatör
- Ø Tahta maşa
- Ø Bıçak

İşlem Basamakları	Öneriler
<p>Ø İnce kıyılmış numuneyi havanda dövünüz.</p>  <p>Resim 2.3: Kıyılmış numuneyi havanda dövme.</p>	<ul style="list-style-type: none">Ø Analiz öncesi hazırlığınızı yapmayı unutmayınız.Ø İçinde yeteri kadar cam boncuk bulunan cam balonu etüvde 103⁰C'de 1 saat süreyle kurutmayı unutmayınız.Ø Cam balonu desikatörde soğutarak tartmaya özen gösteriniz.Ø Tartımı 0.001g duyarlılıkta yapmaya özen gösteriniz.Ø Darayı not etmeyi unutmayınız.Ø Laboratuvarınızda kıyma makinesi yoksanumunenizi bıçakla kıyma makinesinden geçirilmiş gibi ince kıymaya özen gösteriniz.Ø Numuneyi 24 saat içinde analiz etmeyi unutmayınız.

- Ø Hazırlanan numuneden yaklaşık 5-10 g süzgeç kağıdına tartınız.



Resim 2.4:Örneği tartma

- Ø Örneğinizi 0.001 g duyarlılıkta tartmaya özen gösteriniz.
Ø Dikkatli çalışınız.
Ø Tartımınızı not etmeyi unutmayınız.
Ø Süzgeç kağıdının temiz ve külsüz olmasına dikkat ediniz

- Ø Süzgeç kâğıdını katlayarak kartuşun içine yerleştiriniz.



Resim 2.5: Süzgeç kağıdıyla kartuşa yerleştirme

- Ø Süzgeç kâğıdını düzgün katlamaya dikkat ediniz.

Ø Ekstraksiyon cihazının içine kartuşu yerleştiriniz.



Resim 2.6: Kartuşu ekstraksiyon cihazına yerleştirme

Ø Örneği süzgeç kâğıdı ile koyduğunuz için kartuşun ağzına pamuk kapatmanıza gerek yoktur.

- Ø Balon ve ekstraktörü birbirine bağlayarak petrol eterini devir daim yapmasını sağlayacak kadar kartuşun üzerinden koyunuz.



Resim 2.7: Petrol eterini ilave etme

- Ø Çözücünün 1.5 sifon hacmi olmasına dikkat ediniz.
- Ø Kullandığınız çözücünün çok uçucu ve tutuşabilir olduğunu unutmayınız.
- Ø Dikkatli çalışınız.

- Ø Ekstraksiyon cihazı ve balonu geri soğutma ünitesine bağlayarak çalıştırınız.



Resim 2.8: Ekstraksiyon cihazını ve balonu geri soğutucuya bağlama

- Ø Bağlantı yerlerinin tam oturmasına dikkat ediniz.
- Ø Su basıncını vanadan ayarlamayı unutmayınız.

Ø Isıtıcı ayarını yapınız.



Resim 2.9: Isıtıcı ayarını yapma

- Ø Sıcaklığı, çözücü yavaş kaynayacak şekilde ayarlamaya dikkat ediniz.
- Ø Geri damıtma hızının dakikada en az 3 damla olması gerektiğini unutmayınız.

Ø Örneğe altı saat süreyle ekstraksiyon işlemi uygulayınız



Resim 2.10: Ekstraksiyon işlemi yapma

Ø Ekstraksiyon işlemi sırasında sıcaklığı ve damla sayısını sürekli olarak kontrol altında tutmaya özen gösteriniz.

Ø Süre sonunda kartuşu çıkarınız.



Resim 2.11: Kartuşu çıkarma

Ø Dikkatli çalışınız.

Ø Petrol eterini damıtarak geri alınız.



Resim 2.12: Petrol eterini damıtarak geri alma.

Ø Ekstraksiyon cihazını çıkararak, eteri başka bir cam şişenin içine koyunuz etiketlemeyi unutmayınız.

Tutumlu olunuz.

Ø Cam balonu etüvde 103⁰C'de eterin fazlalığı uçuncaya kadar bekletiniz.

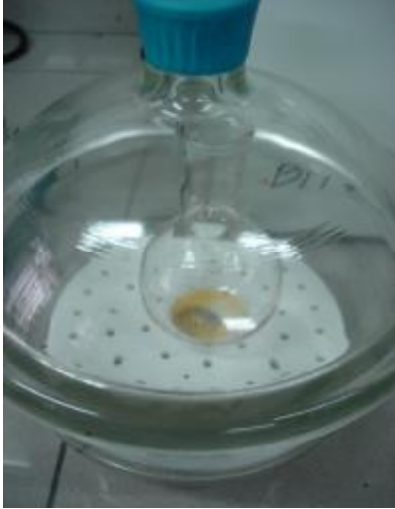
Ø Etüvün sıcaklığını kontrol etmeyi unutmayınız.



Resim 2.13: Petrol eterinin fazlalığını etüvde uçurma

- Ø Eterin uçup uçmadığını anlamak için balonun üzerine bir saat camı kapatarak su damlacıkları oluşup oluşmadığını kontrol etmeyi unutmayınız.
- Ø Çalışmalarınız sırasında dikkatli olunuz.

- Ø Desikatörde soğutarak tartınız.



Resim 2.14: Cam balonu desikatörde soğutma

- Ø Balonun oda sıcaklığına kadar soğumasına özen gösteriniz.
- Ø Tartımı 0.001 g duyarlılıkta yapmaya dikkat ediniz.



Resim 2.15:Cam balonu tartma

Ø Formülden % yağ miktarını bularak deney raporu yazınız.

$$\% \text{ Yağ (g /100 g)} = \frac{M_2 - M_1}{m} \times 100$$

Ø Sonucu ilgili tebliğdeki değerlerle karşılaştırarak kaydediniz.

Ø Rapor hazırlamak çok önemlidir. Öğretmeninizin verdiği kriterlere uygun bir rapor hazırlayınız.

Ø Analiz sonrası işlemlerinizi yapınız.