

UFORSÅPBART

Definisjon

Uforsåpbare stoffer finnes oppløst i fett og oljer. Slike bestanddeler lar seg ikke forsåpe med alkoholisk kaliumhydroksydoppløsning, men vil være løselige i etyleter etter en slik behandling.

Prinsipp

Metoden består i å forsåpe fettene med alkoholisk kaliumhydroksydoppløsning og deretter trekke ut de ikke-forsåpbare bestanddeler ved rysting med etyleter som deretter inndampes. Mengde uforsåpbare bestanddeler er lik inndampningsresten minus dens innhold av frie fettsyrer, som bestemmes separat.

Reagenser

1. 6 % alkoholisk kaliumhydroksyd. 60 g kaliumhydroksyd p.a. løses i 1 liter etanol
2. Peroksydfri etyleter
3. Alkoholisk kaliumhydroksyd, 0,1 N
4. Fenolftalein-løsning, 1 % i etanol

Apparatur

- a. 150 ml rundkolbe med B 24-slip
- b. Ca. 1 meter tilbakelepesrør med B 24-slip
- c. 300 ml skilletrakt
- d. 250 ml rundkolbe 7-12 cm hals, diameter ca. 2 cm

Utførelse

Ca. 5,0000 gram olje/tran innveies i en 150 ml rundkolbe og tilsettes 40 ml 6 % alkoholisk kaliumhydroksydoppløsning (1). Kolben påsettes tilbakelepesrør, og prøven forsåpes ved koking i minst 30 minutter på vannbad under hyppig omrøring. Det meste av alkoholen avdestilleres, og den ennå varme, inndampede såpe tilføres 10 ml alkohol, og det blandes godt. Det hele overføres til en 300 ml skilletrakt og såperester skylles ned med 80 ml destillert vann fordelt i 3 porsjoner. 100 ml peroksydfri eter (2) tilsettes skilletrakten, og etter litt rysting slippes etergassen ut. Deretter rystes kraftig i 1 minutt. Etter fullstendig klaring av eter og såpeskikt tappes såpen ned i en annen skilletrakt av samme størrelse. Eterskiktet må omhyggelig rentappes for såperester som setter seg. Såpefraksjonen tilføres nye

100 ml eter, og det rystes umiddelbart og kraftig i 1 minutt. Etter at eterskiktet har skilt seg godt tappes såpen ut og kastes. Eterekstraktene fra 1. og 2. utrusting slås sammen. Det fintappes for såperester og vaskes 3 ganger med 80 ml destillert vann. Første gang vaskes eteren ved å blande forsiktig med langsomme roterende bevegelser, da en ellers kan få emulsjonsdannelse. Andre gangen kan man blande kraftigere, og siste gang kan man ryste kraftig. Det siste vaskevannet skal reagere nøytralt med fenolftalein. Den vaskede eter fintappes for vann og overføres til en på forhånd evakuert og veiet 250 ml rundkolbe. Eteren avdestilleres på vannbad, kolben evakueres, og det veies til konstant vekt. Vekt inndampningsrest (W_1) noteres.

Etter veining tilsettes kolben 20-30 ml nøytralisert eter (svak rosa farge med fenolftaleinindikator) og noen dråper fenolftaleinindikator (4), og det titreres med 0,1 N alkoholisk kaliumhydroksyd (3) til svak rødfarge, som holder seg i 30 sekunder. Mengde frie fettsyrer beregnes (Se METODE NR. 37).

Beregning

$$\text{Uforsåpbart, g/100g} = \frac{100(W_1 - W_2)}{W}, \text{ der}$$

W = Mengde innveid prøve, gram

W_1 = Vekt kolberest etter inndamping av eterekstrakt, gram

W_2 = Mengde frie fettsyrer i kolberest, gram

Henvisning

DGF-Einheitmethoden-Abteilung C-Fette. C-III 1a (53).