

Klinik Uygulama III Dersi Mutlak Öğrenme Föyü

1. Gıdalarda kimyasal analizlere hazırlık-Sarfların hazırlanması, cihazların tanınması.
2. Gıdalarda kül tayini
3. Gıdalarda protein tayini
4. Gıdalarda yağ tayini
5. Gıdalarda şeker tayini
6. Gıdalarda nişasta tayini
7. Gıdalarda tuz tayini
8. Gıdalarda asitlik tayini
9. Yağlarda sabunlaşma sayısının tayini
10. Reichert-meissl sayısı tayini
11. Polenske sayısı tayini
12. Katı yağlarda peroksit sayısı tayini
13. Yağlarda acılık tayini (kreiss yöntemi)
14. Bitkisel yağlarda mineral yağ aranması
15. Tereyağı refraktometre indisi tayini
16. Akrolein deneyi
17. Tereyağında margarin aranması
18. Gıdalarda kokuşmanın belirlenmesi
19. Sütte koruyucu madde aranması

| Ağırlık esasına göre yüzdesi | Yoğunluk | | | | |
|------------------------------|--------------------------------|------------------|----------------------|--------------------------------|--------|
| | H ₂ SO ₄ | HNO ₃ | CH ₃ COOH | H ₃ PO ₄ | HCl |
| 1 | 1.0051 | 1.0036 | 0.9996 | 1.0038 | 1.0032 |

$$N = M \times BD$$

Yoğunluğu d=1,52 g/ml Olan 100 ml Sülfürik Asit Hazırlanması:

Yoğunluğu (d) = **1,8337** g/ml; Ağırlıkça yüzdesi = %**95**'lik;
Molekül Ağırlığı = 98 g/mol

Tablodan yoğunluk (**1.52**) ve % değer (**62**) okunur. Formül kullanılarak hesaplanır:

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$(1,52 \text{ g/ml} \times 62 \text{ g}) \times 100 \text{ ml} = (1,8337 \text{ g/ml} \times 95 \text{ g}) \times \underline{V2}$$

$$\underline{V2} = 54 \text{ ml}$$

%25'lik Sülfürik Asit (H₂SO₄) Çözeltisinin Hazırlanması

Ağırlıkça %**25** (**25 g**)'lik sülfürik asidin yoğunluğu tablodan bulunur . Yoğunluk = **1,1783** g/ml

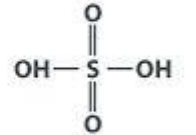
$$M1 \times V1 = M2 \times \underline{V2}$$

$$1,1783 \text{ g/ml} \times 25 \text{ g} \times 100 \text{ ml} = 1,8337 \text{ g/ml} \times 95 \text{ g} \times V2$$

$$V2 = 16,91 \text{ ml}$$

Üzerine saf su eklenmeyeceği için önce yaklaşık 40 ml saf su balonjojeye koyulur üzerine 16,91 ml asit eklenir çalkalanır ve hacim çizgisine kadar (100 ml) saf su ile tamamlanır.

| Asidin Adı | Yüzdesi | Yoğunluğu g/ml | Yaklaşık Normalitesi (N) | Yaklaşık Molaritesi (M) |
|---|---------|----------------|--------------------------|-------------------------|
| Derişik hidroklorik asit (HCl) (Merck 1.00317) | 38 | 1,1885 | 12,40 | 12,40 |
| Derişik nitrik asit (HNO ₃) (Merck 1.00456) | 72 | 1,4218 | 16,20 | 16,20 |
| Derişik sülfürik asit (H ₂ SO ₄) (Merck 1.00731) | 95 | 1,8337 | 35,50 | 17,76 |



Asite su eklenmez!!!

3. GIDALARDA KÜL TAYİNİ

Yöntemin Prensibi

Kül, gıdalarda mineral ve tuz içeriğinin bir göstergesidir. Belli bir miktar numunenin yakılıp küllendirilerek kül miktarının saptanması ilkesine dayanır.

Deneyin Yapılışı

Porselen krozeler kullanılmadan bir gün önce içerisine nitrik asit (HNO_3) koyularak bekletilir. Ertesi gün önce musluk suyu ile iyice çalkalanır daha sonra saf sudan geçirilerek kurutulduktan sonra [sabit tartıma](#) getirilir. Krozenin darası kaydedilir (M_1). Daha sonra numuneden **3-5 g** örnek krozeye tartılarak alınır. Krozeler bir gece **110 °C'de etüvde** bekletilir. Böylece örneğin yavaş yavaş kuruması sağlanır. Aksi takdirde kül fırınına direkt koyulduğu zaman sıçramalar meydana gelir. Daha sonra **520 °C'deki kül fırınına** koyularak **5-6 saat** bekletilir. Bu sürenin sonunda eğer karbonlaşmış kısım varsa süre biraz daha uzatılır. Daha sonra krozeler desikatöre alınarak oda sıcaklığına gelene kadar bekletilir ve tartım alınır (M_2).

Hesaplama

$$\% \text{ Kül} = [(M_2 - M_1) / m] \times 100$$

M_2 = Yakımdan sonraki dolu kroze ağırlığı

M_1 = Boş krozenin ağırlığı

m = Yakılan örnek ağırlığı

Eğer kurumaddede sonuç isteniyorsa yukarıdaki değer 100/Km faktörü ile çarpılır.

Km = Numunenin 100 gramının içerdiği [kuru madde](#) miktarıdır.



2. GIDALARDA NEM TAYİNİ

Yöntemin Prensibi

Gıdalarda nem miktarı, genelde etüvde kurutma yöntemi ile yapılmaktadır. Belli bir sıcaklık altında örnekteki suyun uçurulması ve ağırlık kaybından nem miktarının bulunması ilkesine dayanır. Örnekte kalan kurumadde. Nem ile kurumadde arasında;

% nem= 100 - % kurumadde bağıntısı vardır.



Deneyin Yapılışı

Sabit tartıma getirilen petri kutuları veya nikel kurutma kaplarının içerisine 4-5 ml, g homojen hale getirilmiş örnekten tartılarak alınır (M_1). Kurutma kabı etüve yerleştirilir. Etüvün sıcaklığı yavaş yavaş **100-125°C**'ye getirilir. **3-4 saat** sonunda kurutma kapları desikatöre alınır ve soğuması beklenir. Tartım alınır (M_2)

Hesaplama

$$\% \text{ Nem} = [(M_1 - M_2) / m] \times 100$$

M_1 = Alınan örnek ağırlığı+sabit tartıma getirilen kurutma kabının ağırlığı

M_2 = Kurutulmuş örnek+ sabit tartıma getirilen kurutma kabının ağırlığı

m = Alınan örneğin ağırlığı



3. GIDALARDA PROTEİN TAYİNİ

Yöntemin prensibi

Gıdalardaki serbest azot H₂SO₄ sayesinde amonyum sülfata (YAKMA), o da sodyum hidroksit ile amonyağa dönüştürülür (DİSTİLASYON). Amonyak miktarı 0.1 N HCL ile titrasyonla (TİTRASYON) ölçülür. Bulunan değerden azot, azottan da protein miktarı hesaplanır (HESAPLAMA).

Kullanılan Kimyasallar

Çözeltiler:

Yakma için : 1 g numune+ 25 ml Derişik H₂SO₄ ve 6 g yakma tuzu (katalizör)

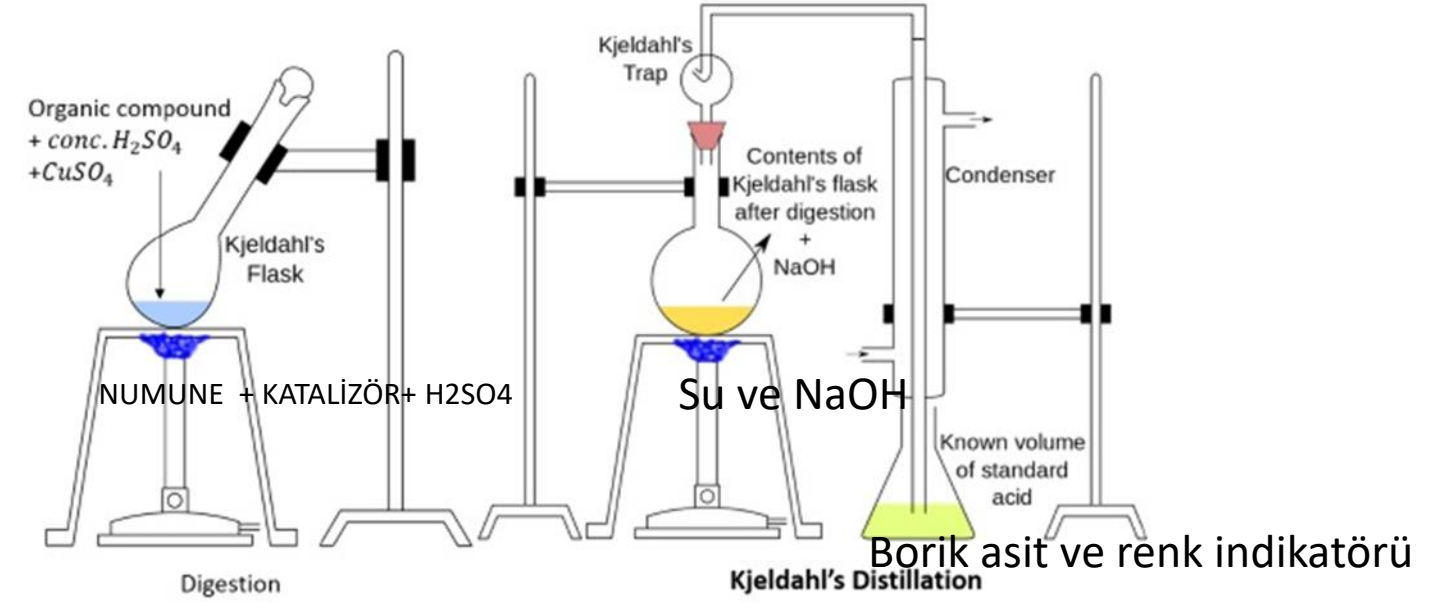
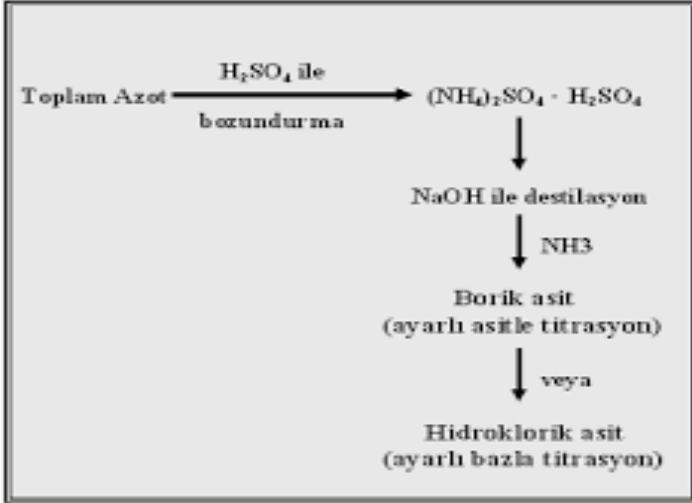
Yakma tuzu karışımı (Katalizör)* 100 g azot içermeyen K₂SO₄ , 10 g CuSO₄. 5H₂O ve 1 g toz halindeki selenyum iyice karıştırılır ve gerektiğinde bir havanda dövülerek toz haline getirilir.

Distilasyon için: 25 ml % 33'lük NaOH çözeltisi * 33 g NaOH damıtık su ile litreye tamamlanır.

50 ml % 2'lik H₃BO₃ çözeltisi* 20 g saf borik asit (H₃B₀3) damıtık su ile litreye tamamlanır. Çözünmeyi kolaylaştırmak için gerektiğinde içerik hafifçe ısıtılabilir.

Titrasyon için renk indikatörü: İki damla Metil kırmızısı-bromkresol yeşili indikatörü* 0.02 g metil kırmızısı ve 0.10 g bromkresol yeşili 100 mL % 95'lik etil alkol içerisinde çözülür.

Titrasyon için Asit: 0.1 N H₂SO₄ çözeltisi: 1 litrelik ölçü balonu yaklaşık yarısına kadar damıtık su ile doldurulur. Üzerine 2.7 mL H₂SO₄ (% 98Tık =1.84 g/cm³) çözeltisinden yavaş yavaş ilave edilip ölçü balonu damıtık su ile çizgisine tamamlanır. Çözeltinin ayarı standart (ayarlı) baz çözeltisi ile yapılır.



Kjeldahl's Method

YAKMA

DİSTİLYASYON

TİTRASYON
(0,1 N HCl veya H₂SO₄ ile)

Deneyin Yapılışı

YAKMA: 1 G ÖRNEK + 6 G KATALİZÖR + 25 ml H₂SO₄ + bir kaç kaynama taşı: Numune gıda Parşömen kağıdı üzerinde 1 g tartılır ve kağıtla birlikte Kjeldahl balonuna yerleştirilir. Üzerine 25 ml derişik sülfürik asit koyulur. Balon Kjeldahl düzeneğine yerleştirilir. Önce köpürme bitene kadar 180 oC'de sonra 220 oC'de yakma yapılır. Yaklaşık 2 saat sonra çözelti rengi **açık mavi – yeşil** olur. Yakmaya 380°C'de en az 20-30 dakika daha devam edilir ve yakma işlemi bitirilir. Balon oda sıcaklığına kadar soğutulur. Örneğin üzerine 100 ml saf su ve 125 ml %33'lük NaOH çok yavaş bir şekilde eklenir.

DİSTİLASYON: Balon, Distilasyon Cihazına yerleştirilir. Bir erlene 50 ml borik asit çözeltisi koyularak üzerine 2 damla metilen mavisi-metilen kırmızısı indikatör çözeltisi koyularak adaptörün ağzı erlenin dibine oturacak şekilde dik soğutucunun yoğunlaştırıcının altına yerleştirilir ve distilasyon işlemine başlanır. Distilasyon işleminin tamamlanıp tamamlanmadığı saf su ile ıslatılmış kırmızı turnusol kağıdı ile kontrol edilir. Damlayan distilat ile kırmızı turnusol kağıdı renk deęiřtirmemelidir. Aksi taktirde distilasyon işlemine devam edilmelidir. Ya da erlende 150 ml sıvı birikinceye kadar distilasyona devam edilir.

TİTRASYON: Erlen içindeki çözelti ayarlı 0,1 N HCl veya H₂SO₄ çözeltisi ile ilk indikatör eklendięi anındaki menekşe rengin gözlendięi ana kadar titre edilir (V₁).

Aynı deney örnek yerine parşömen kağıdı koyularak tekrarlanır ve harcanan HCl veya H₂SO₄ çözeltisi miktarı kaydedilir (V₂). Böylece örnek dışından gelebilecek azot miktarı saptanır.

HESAPLAMA:

$$\% \text{ Azot (N)} = [0,014 \times N \times (V_1 - V_2) \times 100] / m$$

V_1 = Titrasyonda harcanan H₂SO₄ çözeltilisinin hacmi (ml)

V_2 = Şahit deneyde titrasyonda harcanan H₂SO₄ çözeltilisinin hacmi (ml)

N = Ayarı yapılan hidroklorik asit çözeltilisinin derişimi

m = Alınan örneğin ağırlığı (g)

Bulunan yüzde azot miktarı, analizi yapılacak numunenin faktörü ile çarpılarak protein miktarı saptanır.

Ürünler için Kullanılan Faktörler

Süt ve Süt ürünleri : 6,38

Et ve Et Ürünleri : 6,25

Hububat Ürünleri : 5,70

Pirinç Unu : 5,95

Helva: 6,25

MİKRO KJELDAHL CİHAZI



YAKMA ÜNİTESİ



4. GIDALARDA YAĞ TAYİNİ

Yöntemin Prensibi

Süt ve süt ürünlerinde genelde Gerber yöntemi kullanılır. Yöntem, protein ve tuzların derişik sülfürik asit ve amil alkol ile çözülüp yağdan ayrışması, yağın ise üste toplanması ilkesine dayanır.

Kullanılan Kimyasallar

H₂SO₄: süt ve yoğurt için yoğunluğu d=1.82 olan % 90'lık H₂SO₄, peynir için d=1.5 olan % 90'lık kullanılır.

Saf amil alkol: Yoğunluğu 0,814

Örnek Hazırlanması

Örnek homojen olmalıdır. Doğru numune almak için örnek ısıtılabilir (40 oC'ye kadar) ve homojenize edilebilir. Yoğurt, dondurma, tereyağı, peynir gibi numunelerde 100 ml'lik beher içine 50 gram numune alınarak üzerine 5 ml derişik amonyak çözeltisi (amonyum hidroksit) katılır. Cam bagetle karıştırılarak homojen bir sıvı haline getirilir.

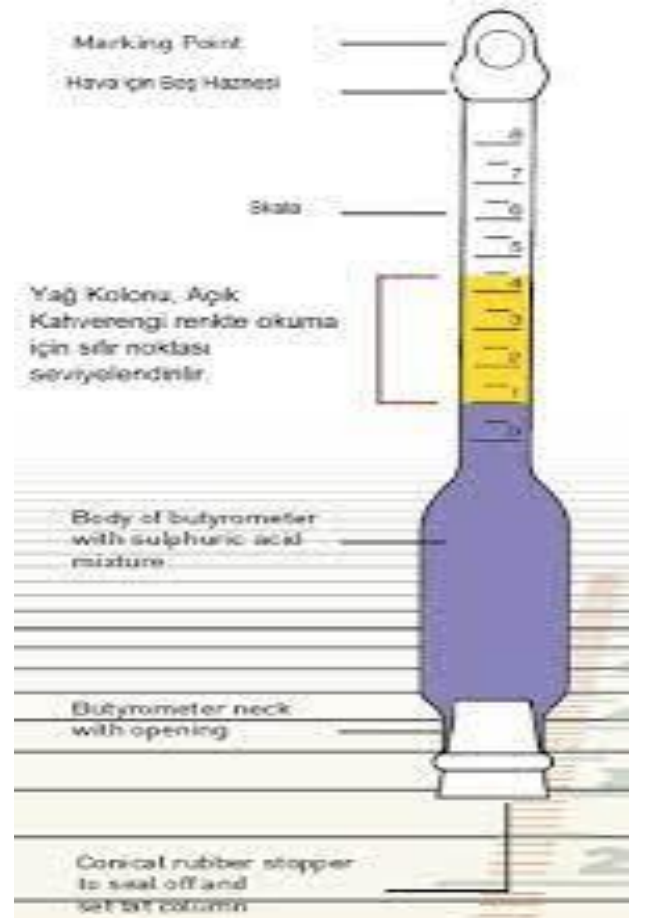
Deneyin Yapılışı

10 ml H₂SO₄ gerber bütirometresi içine koyulur. 11 ml numune çok yavaş şekilde bütirometrenin camına dokundurularak asidin üzerine eklenir. 1 ml amil alkol eklenir. Amil alkol eklenmesi de örnekte olduğu gibi yavaşça olmalıdır. Bütirometrenin ağzı kuru lastik tıpa ile iyice kapatılır. Dikkatli bir şekilde homojen bir karışım sağlanana kadar karıştırılır. Bütirometrenin dereceli kısmı aşağıya gelecek şekilde 1100 devir/dakikalık santrifüjde 5 dakika santrifüj edilir. Daha sonra 68 C°'lik su banyosunda bu sefer dereceli kısım yukarı gelecek şekilde 5 dakika bekletilir. 5 dakika sonunda ağızdaki tıpa itilerek veya döndürülerek yağ sütununun alt sınırı derece çizgilerinden birine getirilmek suretiyle üstteki menisküsün en altı okunur.

Hesaplama

Okunan değer direkt yüzde yağ olarak verilir. Yoğurtta ise su ile 1/10 oranında seyreltme olduğundan okunan değere 1/10'luk bir ekleme yapılır. Eğer sonuç kurumadde cinsinden istenirse [süt ve süt ürünlerinde nem tayini](#) yöntemine göre örneğin kurumadde miktarı bulunarak, elde edilen sonuç 100/ Km değeri ile çarpılır.

Km = Süt örneğinin 100 g daki kuru madde miktarı



GERBER YÖNTEMİ İLE YAĞ TAYİNİ



Peynirde Yağ Tayini

Kullanılan Kimyasallar

yoğunluğu 1,5 olan sülfürik asit

Saf amil alkol

Deneyin Yapılışı

Deney numunesi iyice homojen hale getirilir. Bütirometrenin özel tartı şişesi tıpa ile birlikte çıkarılır darası alınır ve homojen hale getirilmiş örnekten **3 g** koyulur. Tartı şişesi tıpa ve örnek bütirometreye yerleştirilir. Butirometrenin diğer ağzından -tamamen örnek içinde kalacak şekilde- sülfürik asit koyularak lastik mantar kapatılır. **70 °C'daki su banyosuna** yerleştirilir. Peynirin tamamen çözünmesi sağlanır. Bunun için bütirometre arasına çalkalanılır. Üzerine **1 ml amil alkol** eklenir ve iyice karıştırılır. Bütirometrenin **35 işaretine kadar sülfürik asit** katılır. **10 dakika santrifüjlenir. 65 °C'daki su banyosunda 5 dakika** tutulur.

Hesaplama

Okunan değer direkt olarak yüzde yağı verir.



DİK SOĞUTUCU

EKSTRAKSİYON KARTUŞU, NUMUNE

ÇÖZÜCÜ ETER , KLOROFORM...

ISITICI TABLA

SOXHLET CİHAZI

Diğer Gıdalarda Yağ Tayini

Yöntemin Prensipleri: Ekstraksiyon yöntemi kullanılır. Yöntem, numunenin bir çözücü ile (n-hekzan veya petrol eteri) ekstrakte edilmesi, daha sonra da çözücünün uzaklaştırılmasından sonra kalıntının tartılması ilkesine dayanır. Yağ miktarı hesaplanırken numunenin nem miktarı göz önünde bulundurulur.

Kullanılan Kimyasallar: n-hekzan veya kaynama sıcaklığı 40-60 °C olan petrol eteri

Örnek Hazırlama: Örnek iyice homojen hale getirilir ve 5 g numune petri kutusuna alınır gıda ürünlerinde nem tayini yöntemi ile kuru madde analizi yapılır. Kurutulan numune örnek kabından kullanılan çözücü yardımıyla alınarak kartuşa yerleştirilir. Kurutma kabında kalan kalıntılar çözücü ile ıslatılmış pamukla iyice sıyrılıp **pamuk da** kartuşun içerisine yerleştirilir.

Deneyin Yapılışı: Hazırlanan **kartuş** soxhlet aletinin **ekstraksiyon tüpünün** içerisine yerleştirilir. Sabit tartıma getirilmiş **ekstraksiyon balonları** (M_1) ekstraksiyon tüpünün altına yerleştirilir. Soxhlet aletinin ekstraksiyon tüpüne bir kere sifon yapacak ve tekrar yarıya kadar dolduracak çözücü koyulur. Kaynama yavaş olmalı ve ekstrak **dakikada 3 damla** akmalı. Ekstraksiyon sonunda balondaki çözücü başka br kaba akması için işlem devam ettirilir. Kalan balondaki az miktar çözücü de evaporatörde uzaklaştırılır. Daha sonra balon 103 °C'a ayarlı etüvde 1 saat tutulur. Desikatörde oda sıcaklığına getirilerek soğutulur ve tartım alınır (M_2)

Hesaplama

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

$$M_1 = \text{Boş balonun ağırlığı g}$$

$$M_2 = \text{Boş balonun ağırlığı} + \text{Kalıntı ağırlığı}$$

$$m = \text{Alınan örneğin ağırlığı, (g)}$$

Gıdalarda Kalitatif (var veya yok) Nişasta Tayini

Kullanılan Kimyasallar

Lugol solüsyonu: 10 g KI ve 5 g I eritilir, distile suyla 100 ml'ye tamamlanır.

Veya İyod-potasyum iyodür çözeltisi: 2 g iyot, 6g potasyum iyodür sitile suda 100 ml ' ye tamamlanır

Deneyin Yapılışı

Deney numunesinden 10 g alınarak üzerine 200 ml saf su eklenir. Kuvvetlice karıştırılır. Karışıma 5 ml iyot-potasyum iyodür çözeltisi ilave edilip karıştırılır. Nişasta varlığında çözelti **mavi** renge döner. Birkaç damla lügol solüsyonu da damlatınca nişasta varsa mavi renk verir.

Et ve Et Ürünlerinde Nişasta Tayini

Nişasta özellikle et ürünlerinde jöle maddelerinin dışarı taşmasını engellemektedir. Nişasta katılan et ürünleri daha kuru olmaktadır. Et ürünlerine dolgu maddesi olarak katılmasına rağmen yapısı gereği enzimatik ve mikrobiyel faaliyet sonucu, alt gruplara parçalanarak ette tadın oluşmasına yardımcı olur.

Gravimetrik Yöntem

Yöntemin Prensibi

Yöntemde örnekteki yağ sabunlaştırılıp, proteinler hidrolize edilir. Baharat, selüloz ve nişasta çöktürülür. Çöken nişasta asitte çözülüp gravimetrik olarak tayin edilir.

Kullanılan Kimyasallar

% 95'lik etanol

[% 8'lik alkollü potasyum hidroksit \(KOH\) çözeltisi](#)

Hidroklorik asit (1/1) oranında seyreltilmiş hali.

Deneğin Yapılışı

Homojen hale getirilen numunedan 10 g alınıp üzerine % 8'lik alkollü KOH çözeltisinden 50 ml eklenir. 20 dakika ara sıra karıştırılarak su banyosunda ısıtılır. Üzerine 100 ml olana kadar %95'lik etanolden eklenir ve çözelti santrifüj tüplerine alınarak 2000 rpm de 5 dakika santrifüjlenir. Sıvı kısım atılır. Kalıntı 25 ml %95'lik etanolle karıştırılarak yıkanır ve sıvı kısım tekrar atılır. Üzerine 50 ml HCl çözeltisi ilave edilir ve çökeğin çözünmesi sağlanır. Çözelti santrifüjlenir, eğer sıvı kısım berrak değilse süzülür. Bir behere çözeltinin sıvı kısmından 25 ml alınır. Üzerine % 95'lik etanolden 75 ml eklenir. Beherin ağzı saat camı ile kapatılarak bir gece bekletilir. [Sabit tartıma](#) getirilmiş Gooch krozesi önce %95'lik etanol ile yıkanır. Daha sonra çözelti aynı krozeden süzülür ve iki kere % 95'lik etanol ile yıkanır. Kroze 75°C' de 1 saat kurutulur. Desikatöre alınarak oda sıcaklığına kadar soğutulur ve tartım alınır.

Hesaplama

% Nişasta = [[(M₁-M₂) x F] / m] x 100

M₁= Gooch krozesi + örnek

M₂ = Gooch krozesi

m = Alınan numune miktarı g

F = Düzeltme faktörü. Genelde 1,45 çarpanı kullanılır ve bu değer hububatta % 69 nişasta olduğu kabul edilmiştir.





Şeker tayin cihazı



Polarimetreler

Balda hızlı şeker tayin kiti



El tipi Abbe refraktometresi

Diğer gıdalarda nişasta miktarı tayini:

Öğütülen gıdadan homojen olarak 2.5 g alınır 50 ml 1.28 yoğunluklu HCl ilave edilerek 15 dk kaynatılır. Biraz soğuyunca 20 ml su + 5 ml Carez 1 ve 5 ml Carez 2 solüsyonu eklenir. Su ile 100 ml'ye tamamlanır, karıştırılır, filtreden berrak süzüntü elde edilinceye kadar süzülür. Polarimetre ile miktar belirlenir.



El tipi dijital refraktometre



Abbe refraktometresi



Abbe refraktometresi

GIDALARDA TUZ TAYİNİ

1. Peynir ve Tereyağında Tuz Tayini: Mohr Yöntemi

Yöntemin Prensibi

Gıdadaki NaCl su ile eritildikten sonra ile nötralize oluncaya kadar titre edilir. Harcanan gümüş nitrattan gıdadaki tuz miktarı % olarak hesaplanır.

Kullanılan Kimyasallar

0,1 N Gümüş nitrat (AgNO₃) çözeltisi (Merck 1.09081)

% 5'lik potasyum kromat (K₂CrO₄) çözeltisi

Deneyin Yapılışı

5 g örnek sıcak saf su ile 4-5 defa eklenip çalkalanarak süzgeç kağıdına dökülerek 500 ml süzüntü alınıncaya kadar süzülür.

Bu süzüntüden bir erlene 50 ml alınarak üzerine 2-3 damla potasyum kromat çözeltisi eklenir. AgNO₃ çözeltisi ile erlendeki örnek kiremit kırmızısı renk verinceye kadar titre edilir.

Hesaplama

1 ml 0,1 N AgNO₃ = 0,00585 g NaCl'e eşdeğerdir.

%NaCl: (V (harcanan gümüş nitrat ml'si) X 0,585 olur.

% Tuz (g) = [(0,00585 x V) / m] x SF x100: Formül sadeleştirildiği zaman

V = Harcanan AgNO₃ çözeltisinin hacmi (ml)

N = Ayarlanan AgNO₃ çözeltisinin derişimi

m = Alınan numune miktarı (g)

SF = Seyreltme faktörü (X g örnek 500 ml'lik balonjojeye seyreltildi.Bu çözeltiden de 25 mL alındı. Bu durumda seyreltme faktörü 500/25= 20 dir.)

Yöntemin Prensibi

Mohr yönteminde olduğu gibi tuz sıcak suyla çözündürülüp süzüntüye alınır. Ancak bu metotta analiz edilen süzüntü biraz asitlendirilir ve AgNO₃ eklenerek klorürler gümüş klorür olarak tutulur. Ortamda kalan gümüş ise ayarlı potasyum tiyosiyanat ile titre edilir.

Kullanılan Kimyasallar

4 N nitrik asit (1 Hacim derişik nitrik asit + 3 hacim saf su)

[0,1 N gümüş nitrat \(AgNO₃ \)](#)

[1 N sodyum hidroksit \(NaOH \)](#)

Nitrobenzen

[Amonyum demir-3- sülfat \(NH₄Fe\(SO₄\)₂.12H₂O \)](#)

[Ayarlı 0,1 N potasyum tiyosiyanat \(KSCN \)](#)

Protein çöktürülmesi için kullanılan çözeltiler:

Reaktif I : 100 g potasyum ferrosyanat (K₄Fe(CN)₆.3H₂O) saf suda çözülüp toplam hacim 1000 ml'ye saf su ile tamamlanır.

Reaktif II : 220 g çinko asetat (Zn(CH₃COO)₂.2H₂O) ve 30 ml glasiyal asetik asit (CH₃COOH) saf suda çözülüp toplam 1000 ml'ye saf su ile tamamlanır.

Deneyin Yapılışı

Homojenize edilmiş örnekten **5 g** erlene tartılır. Üzerine **50 ml** sıcak saf su eklenerek kaynar su banyosunda **10 dakika** karıştırılarak ısıtılır. Çözelti oda sıcaklığına geldikten sonra **1 ml** reaktif I ve reaktif II sırasıyla eklenerek iyice karıştırılır. Proteinlerin çökmesi için yaklaşık **20 dakika** beklenir. Daha sonra **100 ml**'lik balona aktarılıp saf su ile hacim çizgisine kadar tamamlanır. Karışım süzgeç kağıdından süzülür. **Süzüntüden 10 ml** alınıp üzerine **2,5 ml 4 N HNO₃**, **1 ml amonyum demir-3-sülfat** çözeltisi eklenir. Daha sonra **10 ml AgNO₃** ve **1,5 ml nitrobenzen** eklenip büretteki ayarlı **0,1 N KSCN** ile erlende kiremit rengi görülene kadar titre edilir.

Hesaplama

1 ml 0,1 N AgNO₃ = 0,00585 g NaCl

Eğer hazırlanan Ag NO₃ çözeltisinin derişimi tam 0,1 N değilse bu değer (0,00585 x Hazırlanan Ag NO₃ çözeltisinin derişimi) / 0,1 N şeklinde kullanılır.

% Tuz (g) = [(0,00585 x (10-V)) / m] x SF x 100

V = Harcanan AgNO₃ çözeltisinin hacmi (ml)

m = Alınan numune miktarı (g)

SF = Seyreltme faktörü (X g örnek 100 ml'lik balonjojeye seyreltildi. Bu çözeltiden de 10 ml alındı. Bu durumda seyreltme faktörü 100/10= 10' dur)

Hesaplamalardaki **10** başlangıçta eklenen AgNO₃ çözeltisinin hacmi. Bu değer tuz miktarına göre değişebilir.



Otomatik Tuz tayin cihazı



Tuz tayin refraktometresi



Deniz tuzu ölçümci hazı



Tuz bommetresi

GIDALARDA ASİTLİK TAYİNİ

Asitlik Cinsi

Örnekler analize hazırlanır, fenol fitalein eşliğinde 0.1 N NaOH veya KOH ile titrasyon yapılır. Harcanan alkali kadar asit olduğu ml olarak tespit edilir. Sonra 1 ml 0.1 N NaOH veya KOH'a karşılık gelen asit miktarı (g) ile veya istenirse daha hassas olarak derişimlerden hesaplamak sureti ile tespit edilir:

Alkali (NaOH veya KOH) konsantrasyonu X asitin konsantrasyonu (koyu renkli sayılar) / 0.1 N Alkali

| | | |
|---|------------------------------|-------------------|
| Malik Asit Cinsinden meyvelerde | 0,0987 x 0,0067 / 0,1 | = <u>0,006613</u> |
| Laktik Asit Cinsinden süt ve ürünlerinde | 0,0987 x 0,009 / 0,1 | = 0,008883 |
| Tartarik Asit Cinsinden üzümelerde | 0,0987 x 0,0075 / 0,1 | = 0,007402 |
| Sitrik Asit Cinsinden üzüksü ve turunçgillerde | 0,0987 x 0,0064 / 0,1 | = 0,006317 |
| Oleik Asit Cinsinden Yağlarda | 0,0987 x 0,0280 / 0,1 | = 0,027636 |
| Asetik Asit Cinsinden turşu ve salamurada | 0,0987 x 0,006 / 0,1 | = 0,0059622 |
| Sülfürik Asit Cinsinden | 0,0987 x 0,0049 / 0,1 | = 0,004836 |

Hesaplama

Harcanan 1 ml 0,1 N NaOH 0,0067 (daha hassas ölçümde ise 0,006613 kullanılır) g oleik aside eşdeğerdır

$$\underline{\%Asitlik = (V \times N) \times 100 / m}$$

V = Harcanan NaOH çözeltisi hacmi (mL)

N = Ayarlı NaOH çözeltisinin 1 ml'sine karşılık gelen ilgili asitin derişimi (konsantrasyonu, yoğunluğu):**0.0067**

m = Numune ağırlığı (g)

Kavurma Yağında Asitlik Derecesi Tayini

Kullanılan Kimyasallar

Alkol - eter karışımı(yarı yarıya karıştırılmış ve nötrleştirilmiş)

Ayarlı 0,1 N NaOH çözeltisi

% 1 lik Fenolftalein belirteç çözeltisi, (% 95 lik etil alkolde hazırlanmış)



MANUAL ASİTLİK TAYİN DÜZENEĞİ

Deneyin Yapılışı

5 g yağ bir erlenin içerisine tartılır. Üzerine alkol – eter karışımından 25-30 ml eklenir. Kuvvetle çalkalanarak yağın erimesi sağlanır. Üzerine bir kaç damla fenolftalein ilave edilerek bürete doldurulan 0,1 N ayarlı sodyum hidroksit çözeltisi ile erlende pembe renk gözleninceye kadar titre edilir. Oluşan pembe renk 30 saniye kalıcı olmalıdır.

Hesaplama

Harcanan 1 ml 0,1 N NaOH 0,0280 g oleik aside eşdeğerdir

$$\%A = (V \times N) \times 100 / m$$

V = Harcanan NaOH çözeltisi hacmi (mL)

N = Ayarlı NaOH çözeltisinin 1 ml'sine karşılık gelen ilgili asitin derişimi (konsantrasyonu, yoğunluğu):**0.0280**

m = Numune ağırlığı (g)



OTOMATİK ASİTLİK TAYİN CİHAZI

Tereyağında Asitlik Tayini

Kullanılan Kimyasallar

%3 ' lük Fenolftalein belirteç çözeltisi (% 95 lik etil alkolde hazırlanmış)

0,1 N ayarlı NaOH çözeltisi

%97 'lik etanol ve dietil eter karışımı (nötrleştirilmiş)

-

Deneyin Yapılışı

Erlene 5 g tereyağı tartılarak alınır. Üzerine 40 mL nötrleştirilmiş dietil eter- alkol karışımı eklenir. Erlenin kapağı kapatılarak 5 dakika kuvvetli çalkalanarak örneğin erimesi sağlanır.

Titrasyon yapılır.

-

Hesaplama

Harcanan 1 ml 0,1 N NaOH **0,009** g laktik aside eşdeğerdir

$$\%A = (V \times N) \times 100 / m$$

V = Harcanan NaOH çözeltisi hacmi (mL)

N = Ayarlı NaOH çözeltisinin 1 ml'sine karşılık gelen ilgili asitin derişimi (konsantrasyonu, yoğunluğu):**0.009**

m = Numune ağırlığı (g)

Süt ve Kremada Asitlik Tayini

Kullanılan Kimyasallar

% 1' lik Fenolftalein belirteç çözeltisi (% 95 lik etil alkolde hazırlanmış)
0,1 N ayarlı NaOH çözeltisi

- Deneyin Yapılışı

20 mL örnek erlene tartılarak alınır. Üzerine yaklaşık 50 ml su eklenerek iyice çalkalanır. 2-3 damla fenolftalein belirteç çözeltisi eklenir.
Titrasyon yapılır.

- Hesaplama

Harcanan 1 ml 0,1 N NaOH 0.009 g laktik aside eşdeğerdir

$$\%A = (V \times 0,009 \times 100) / m$$

V = Harcanan NaOH çözeltisi hacmi (mL)

N = Ayarlı NaOH çözeltisinin 1 ml'sine karşılık gelen ilgili asitin derişimi (konsantrasyonu, yoğunluğu):**0.009**

m = Numune ağırlığı (g)

Süt Tozunda Asitlik Tayini

Kullanılan Kimyasallar

[% 1' lik Fenolftalein belirteç çözeltisi \(% 95 lik etil alkolde hazırlanmış\)](#)

[0,1 N ayarlı NaOH çözeltisi](#)

Deneyin Yapılışı

Süt tozundan, yağsız ise 10 g, yarı yağlı ise 11 g, yağlı ise 13 g tartılır. Son hacim 100 ml olacak şekilde saf su eklenir ve süt tozu çözünene kadar iyice karıştırılır. Oluşan köpük kaybolana kadar bekletilir. Çözeltiden 10 ml alınarak erlene koyulur. Aynı pipetle 10 ml su alınarak erkene aktarılır. 2-3 damla fenolftalein belirtecinden eklenir.

Titration yapılır.

Hesaplama

[Harcanan 1 ml 0,1 N NaOH 0,009 g laktik aside eşdeğerdir.](#)

$$\%A = (V \times 0,009 \times 100 \times SF) / m$$

V = Harcanan 0,1 N sodyum hidroksit çözeltisinin hacmi ml

m = Örneğin ağırlığı (g)

SF = Çözeltinin hacmi 100 ml'ye tamamlanıp 10 mL alındığına göre 100/10=10 kat seyreltme yapılmış demektir.

Yoğurt ve Dondurmada Asitlik Tayini

Kullanılan Kimyasallar

%1' lik Fenolftalein belirteç çözeltisi (% 95 lik etil alkolde hazırlanmış)

0,1 N ayarlı sodyum hidroksit çözeltisi (NaOH)

-

Deneyin Yapılışı

Homojen hale getirilmiş deney numunesinden 10 g bir erlene tartılır. Örneğin üzerine 40 °C deki saf sudan 50 ml eklenir. 2-3 damla fenolftalein belirteç çözeltisi eklenir.

Titrasyon yapılır.

Hesaplama

Harcanan 1 ml 0,1 N NaOH 0.009 g laktik aside eşdeğerdir

$$\%A = (V \times 0,009 \times 100) / m$$

V= Harcanan ayarlı 0,1 N sodyum hidroksit çözeltisinin hacmi (ml)

m = Örneğin ağırlığı (g)

9- YAĞLARDA SABUNLAŞMA SAYISININ TAYİNİ

Uzun zincirli yağ asitlerinin sabunlaşma sayıları, kısa zincirli olanlardan daha düşüktür. Bütirik, kaproik, kaprilik, laurik asit miktarı fazla olan **tereyağı**nda sabunlaşma sayısı yüksektir (225 – 250). Hindistan cevizi (255), hurma (245) yağları gibi bazı yağlar dışında, bitkisel yağların sabunlaşma sayısı 200'ün altındadır.

Yöntemin Prensibi:

1 g yağın sabunlaşması için gerekli olan potasyum hidroksitin (KOH) mg olarak ağırlığının bulunmasıdır.

Kullanılan Kimyasallar

[0,5 N etanollü potasyum hidroksit çözeltisi](#)

[Ayarlı 0,5 N hidroklorik asit çözeltisi \(HCl\)](#)

[%1'lik fenolftalein çözeltisi](#)

Deneyin Yapılışı

Ağzı rodajlı balon içerisine 2 g örnek tartılarak üzerine 25 ml KOH çözeltisi eklenir. Balon geri soğutucuya bağlanır. Ara sıra karıştırılarak bir saat geri soğutucu altında tutulur. Geri soğutucudan ayrılan balonun içerisine 2-3 damla fenolftalein indikatörü damlatılarak ayarlı hidroklorik asit çözeltisi ile renksiz çözelti elde edilene kadar titre edilir.

Şahit deneme için aynı deney bir de örnek koyulmadan sadece etanollü potasyum hidroksit ile yapılır.

Hesaplama

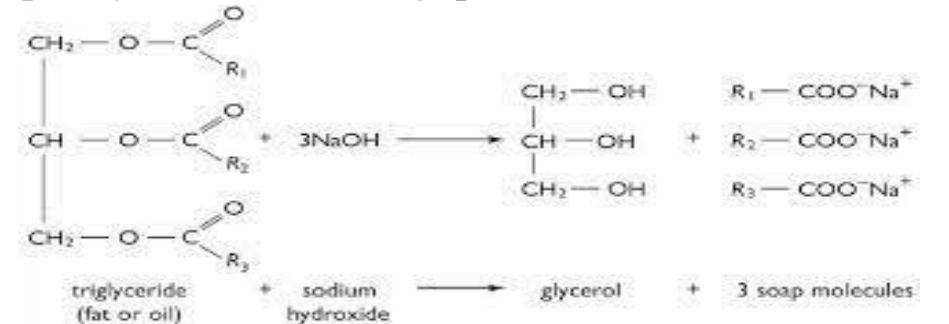
Sabunlaşma Sayısı = $[(V_2 - V_1) \times N \times 56,1] / m$

V_2 = Şahit deney için harcanan hidroklorik asit çözeltisi hacmi (ml)

V_1 = Deney numunesi için harcanan hidroklorik asit çözeltisi hacmi (ml)

N = Ayarlı hidroklorik asit çözeltisi derişimi

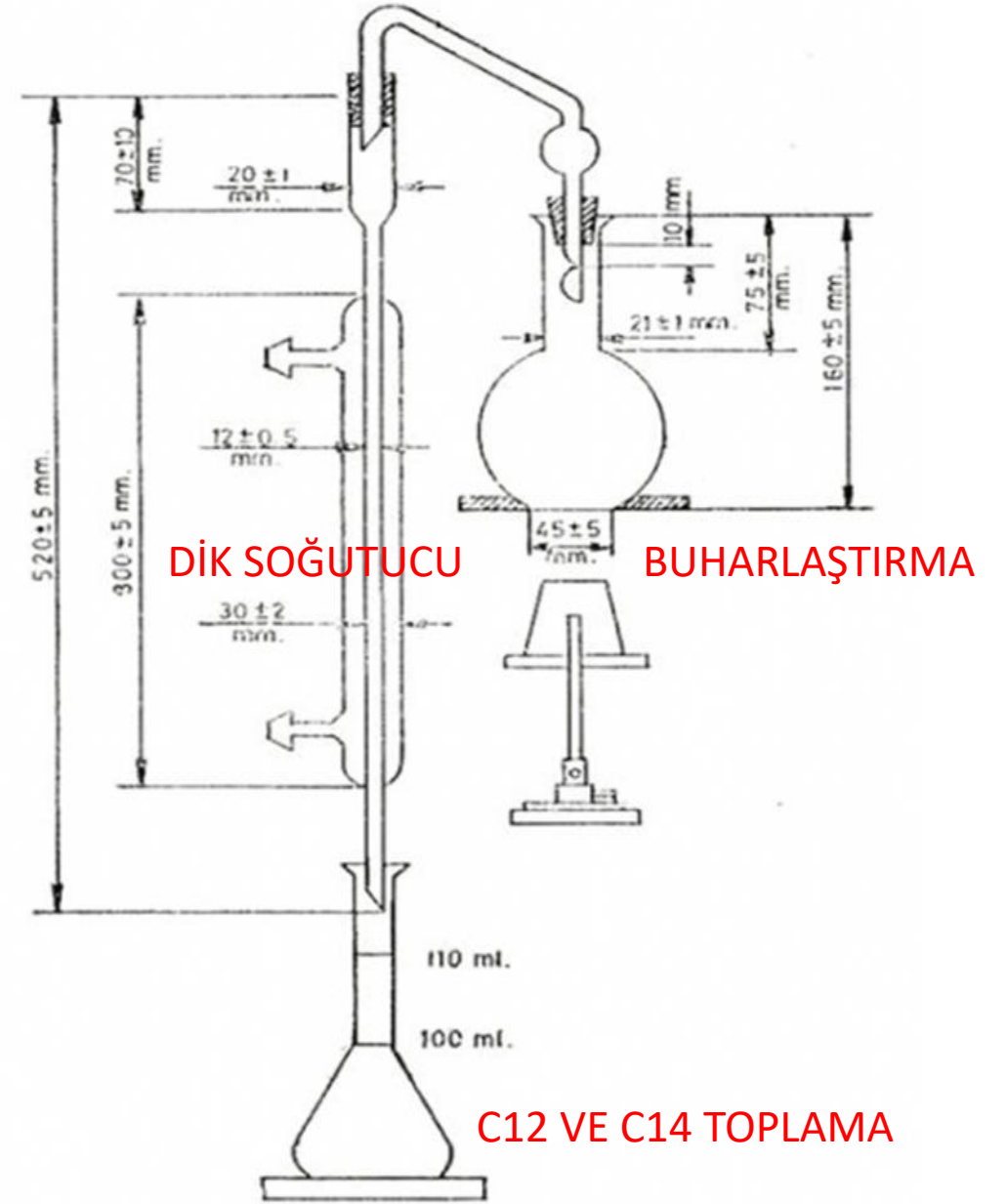
m = Alınan örnek miktarı (g)



SABUN YAPIMI

Bazı Yağların Yağ Asidi Kompozisyonu

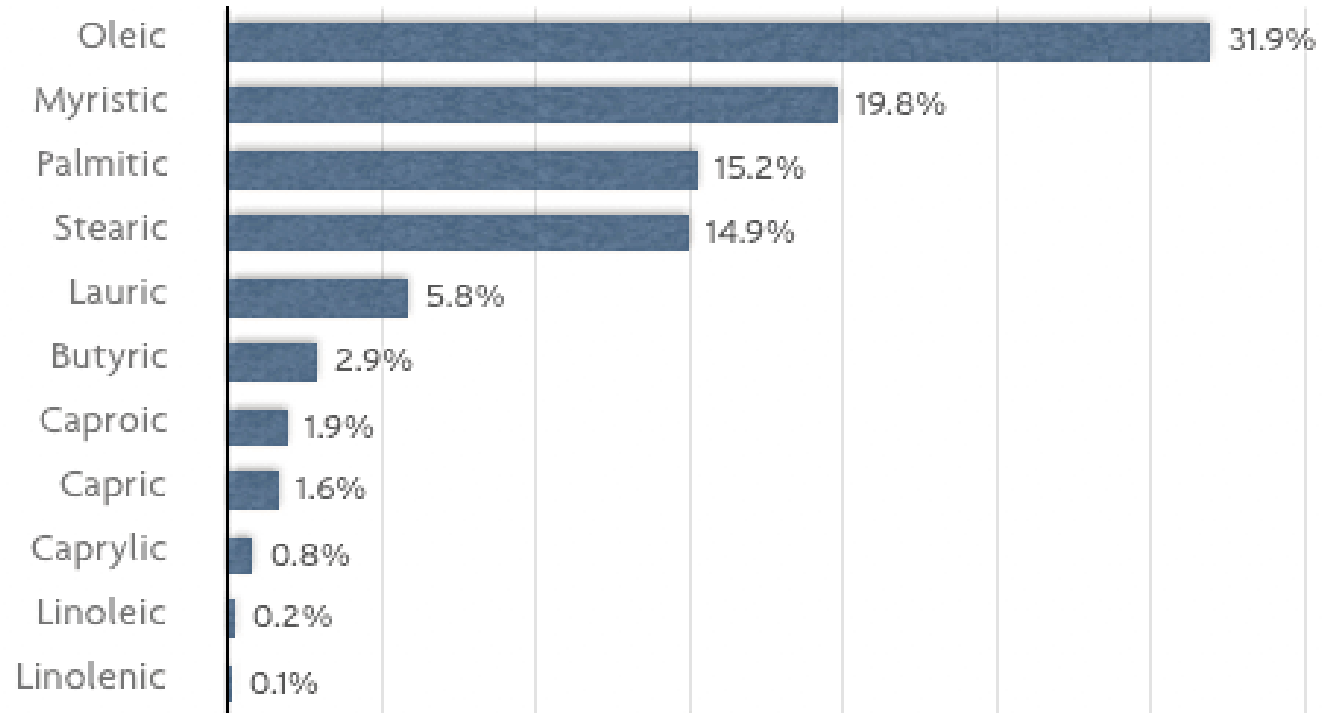
| Katı Yağ | Laurik 12:0 | Miristik 14:0 | Palmitik 16:0 | Stearik 18:0 | Oleik 18:1 ^{A9} | Linoleik 18:2 ^{A9,12} | Linolenik 18:3 ^{A9,12,15} |
|-----------------|----------------|------------------|------------------|-----------------|-----------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| Tereyağ | 1-4 | 8-13 | 25-32 | 8-13 | 22-29 | 2-4 | |
| Sığır | | 2-3 | 24-32 | 20-25 | 37-43 | 2-3 | |
| Domuz | | 1-2 | 25-30 | 12-16 | 40-50 | 3-8 | |
| Sıvı Yağ | | | | | | | |
| H. cevizi | 44-50 | 13-18 | 7-10 | 1-4 | 5-8 | 1-3 | |
| Zeytin | 0-1 | 0-2 | 7-20 | 2-3 | 53-86 | 4-22 | |
| Yerfistiği | | 0-1 | 6-10 | 3-6 | 40-65 | 17-38 | |
| Pamuk to. | | 0-3 | 17-23 | 1-3 | 23-44 | 34-55 | |
| Mısır | | 1-2 | 8-12 | 2-5 | 29-49 | 34-56 | |
| Soya | | 0-1 | 6-10 | 2-5 | 20-30 | 50-60 | 2-10 |
| Keten to. | | 0-1 | 5-9 | 4-7 | 9-29 | 8-29 | 45-67 |



Reichert Meissel Damıtma düzeneđi

C12 VE C14 TOPLAMA

TEREYAĞINDA DOYMUŞ YAĞ ASİTLERİNİN ORANLARI



10- REİCHERT-MEİSSL SAYISI TAYİNİ

Yöntemin Prensibi

Bu yöntem, tereyağına hile amaçlı diğer çeşit yağların katılıp katılmadığını anlamak için kullanılır. Süt yağları düşük molekül ağırlıklı yağ asitlerinin miktarının fazla olması ile ayrılır. Reichert Meissl sayısı 5 g yağdaki su buharı ile uçan ve suda çözünmeyen yağ asitlerinin (4C- Bütirik a ve 6C- Kaproik a. Tam uçar, 8C- Kaprik a ve 10C- Laurik a. Kısmen uçar) miktarına göre yağları ayırmaya yarar.

Kullanılan Kimyasallar

İki kez damıtılmış gliserin (d= 1.26 g/ml)

Ağırlıkça %50'lik sodyum hidroksit çözeltisi: 50 g sodyum hidroksit 50 ml saf su içerisinde çözündürülür.

Seyreltik sülfürik asit çözeltisi (25 ml/l)

[%1'lik fenolftalein çözeltisi \(%95'lik etanolde hazırlanmış\)](#)

[0,1 N Ayarlı sodyum hidroksit çözeltisi \(NaOH\)](#)

Deneyin Yapılışı : Özetle sabunlaştırma,

300 ml'lik dibi düz olan damıtma balonuna suyundan ve tortusundan ayrılmış olan tereyağından tam olarak **5 ±0.01** g tartılır. Üzerine **20 g gliserin** ve **2 ml %50'lik NaOH** çözeltisi eklenip balon hafif bek alevine tutulur ve içindekiler çalkalanarak sabunlaştırılır. Sıvı tamamen berraklaşıp açık sarı renk alıp köpürme bitince ısıtma işlemine son verilir. Bu işlem sırasında köpüklerin taşmamasına ve sıcaklığın fazla yükselmemesine dikkat edilmelidir. (Oluşan renk bulanık ise sabunlaşmanın tam olmadığı, koyu renk ise sıcaklığın fazla olduğunu gösterir. Bu durumda deney tekrarlanmalıdır).

Balon bir asbest üzerine koyularak ağzı saat camı ile örtülür ve 80° C'ye kadar soğumaya bırakılır. Üzerine en az 15 dakika kaynatılmış saf sudan tam olarak **93 ml** eklenerek karıştırılır. Kaynamanın sakin olması için, **0.5 g toz sünger taşı** atılıp **50 ml seyreltik sülfürik asit** çözeltisi eklendikten sonra, balon hemen özel Reichert Meissl damıtma düzeneğine yerleştirilir. Soğutucu altına 100 ve 110 ml'lik hacim yerleri işaretlenmiş olan bir balon joje yerleştirilir. Damıtma **19-21 dakikada** bitecek ve distilatın sıcaklığı da **18-21°C** arasında olacak şekilde su akış hızı ayarlanmalıdır. Damıtma sona erince yani 110ml'lik işaretli yere yaklaşıncaya su ve alev kapatılmalıdır. Son damlalar **110ml**'lik çizgiye geldiği anda balon sistemden ayrılır. Balonun ağzı mantar ile kapatılarak 110 ml'nin işaretli olduğu yere kadar 15° C'deki suya batırılır ve burada **10 dakika** tutulur. Sudan çıkarılır, kurulanır seviye düşmüş ise tamamlanır. Çözelti çok çalkalanmadan bir iki kez alt üst edilir. Çözelti 100 ml'lik bir balon jojeye 9 cm çaplı Whatman No.4 süzgeç kağıdından süzülür. Süzüntü berrak olana kadar süzme işlemi tekrarlanır. Şayet berrak bir süzüntü elde edilmezse kieselger ile çalkanarak süzülür. Böylece suda çözünmeyen asitler kieselger tarafından tutulur. Berrak çözeltiden 100 ml alınarak üzerine 5 damla fenolftalein indikatörü eklenir ve açık pembe rengin 30 saniye kalıcı olduğu ana kadar 0.1 N NaOH çözeltisi ile titre edilerek harcanan hacim kaydedilir. Aynı deney bir de yağ örneği kullanılmadan yapılır ve yine harcanan NaOH miktarı kaydedilir. Eğer tanık deneyde harcanan NaOH miktarı 0.5 ml'yi geçerse bütün deney tekrar yapılmalıdır.

Hesaplama

Başlangıçta 100 ml yerine 110 ml distilat toplandığı için, harcanan sodyum hidroksit miktarına 1/10 eklenerek aşağıdaki formül ile hesaplanır.

Reichert-Meissl Sayısı = (V₁-V₂) + b veya RMS: (A – B) × N × 11 formülü ile hesaplanır. Tereyağında bu değer 17-34 arasındadır. Diğer yağlarda daha düşüktür.

$$b = (V_1 - V_2) / 10$$

V₁= Deney numunesinin olduğu titrasyonda harcanan NaOH miktarı (ml)

V₂= Tanık deney için harcanan NaOH miktarı (ml)

NOT: Eğer polenske sayısı tayini yapılacak ise distilasyon cihazında kalan tüm yağlar kullanılmalıdır.

11. POLENSKE SAYISI TAYİNİ

Yöntemin Prensibi

Her yağın suda erimeyen ancak alkolde eriyen ve su buharı ile uçan yağ asitlerinin düzeyi farklıdır. Bu düzey tereyağında yüksektir. Tereyağının saflığını anlamada kullanılır. Polenske sayısı 5 g yağdaki suda çözünmeyen ve uçmayan, ancak alkolde çözünen ve su buharı ile uçabilen yağ asitlerinin miktarını (C8-Kaprilik a ve C10-Kaprik a kısmen, 12-laurik ve 14- miristik a tamamen tespit edilir) tespiti dayanır. Bu yağ asitlerini nötrale eden 0.1 N NaOH miktarı tespit edilerek uçucu yağ asitlerinin düzeyi tespit edilmiş olur.

Kullanılan Kimyasallar

%90'lık nötr alkol

[%1'lik fenolftalein çözeltisi \(%95'lik etanolde hazırlanmış\)](#)

[0,1 N Ayarlı sodyum hidroksit çözeltisi \(NaOH\)](#)

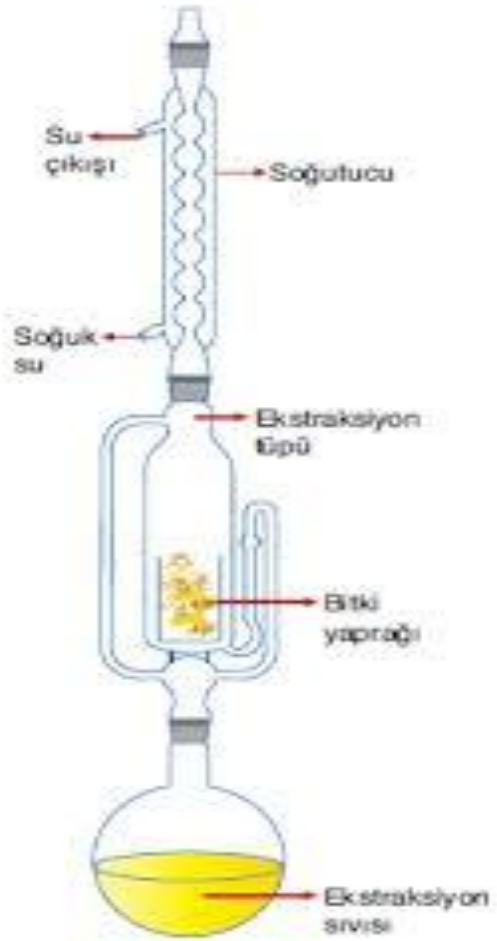
Deneyin Yapılışı

Reichert Meissl düzeneğinde uçmayan yağlar toplanır, süzülür ve titrasyon yapılır. 300 ml'lik distilat balonu, buna bağlı olan cam boru, soğutucu ve distilatın toplandığı balon joje, 15'er ml'lik soğuk saf su ile 3 defa yıkanarak süzgeç kağıdından süzülür. Su ile yıkanan bütün parçalar 15 ml'lik alkol ile 3 defa yıkanarak aynı süzgeç kağıdından süzülür. Alkolle yıkama sırasında, cam kaplar ve süzgeç kağıdındaki suda erimeyen yağ asitleri alkolde eritilmiş olur. Temiz bir erlende toplanmış olan süzütünün üzerine (yaklaşık 100 ml kadardır) bir kaç damla fenolftalein koyularak 30 saniye kalıcı pembe renk elde edilene kadar 0.1 N NaOH çözeltisi ile titre edilir. Harcanan NaOH çözeltisinin hacmi kaydedilir.

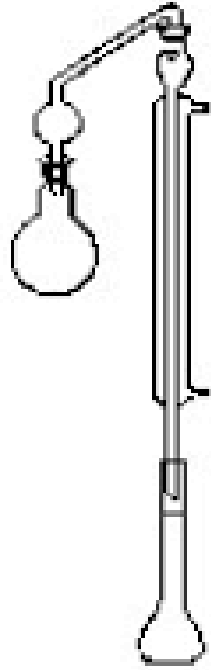
Hesaplama

Polenske Sayısı = V (ml) veya $10 \times V \times N$ (Normalite) formülü ile bulunur.

V = Titrasyonda harcanan NaOH çözeltisinin hacmi (ml)



Şekil 4.13 > Soxhlet cihazı



Uçucu bileşiklerin alınması
düzeneği

Soxhelet düzeneği

12. YAĞLARDA PEROKSİT ADEDİNE GÖRE ACILIK TAYİNİ:

Yağlarda oksidasyon ürünü olan peroksitler KI'tan I'u açığa çıkarır. Açığa çıkan I ise Sodyum tiyosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ile titre edilerek miktarı tespit edilir. (Sütte H_2O_2 deneyini hatırlayınız lütfen).

1 g yağ + 1 g KI + 10 ml AK solüsyonu (Asetik asit glasiyal (3 kısım) + Kloroform (2 kısım)): hafif alevde ısıtılır, sıcak su içerisinde kloroformun kesif kokusu çıkıncaya dek tutulur. Ağzı kapatılarak soğutulur.

+ 25 ml KI (suda, %1) ve 3-4 damla nişasta (suda %1): Meydana gelen mavi renk serbest iyotun nişasta ile birleştiğini gösterir. Renk berraklaşınca dek 0.002 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ile titre edilir.

Peroksit adedi: Har. ml. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ x kör deneyde har. ml. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ x 2/Nu. Miktarı

Per. Sa.: 0-3 ise : Çok kaliteli, muhafazaya müsait

3-6 ise: Bozulmak üzere

6 ve üstü: Rafine edilmeden tüketilemez.

13. KREİS YÖNTEMİYLE ACILIK:

Acılařma esnasında diđer aldehitlerle birlikte bir epoksi aldehit olan epihidrin aldehit de meydana gelir. Bunun tespiti amacıyla:

5 ml yađ +5 ml HCl (yođun) eritilir + 5 ml floroglusin (saf eter iđerisinde %1'lik), karıřtırılır: Tüpün rengi % 5'lik kobalt nitrattan daha ađıksa acılařma vardır. Veya ingene pembesi-kırmızı renk:Acılařma.

14. BİTKİSEL YAĞLARDA MİNERAL YAĞ ARANMASI

Yöntemin Prensibi

Bu yöntem ile bitkisel yağlara mineral yağların katılıp katılmadığı tespit edilir.

Kullanılan Kimyasallar

0.5 N etanollü potasyum hidroksit çözeltisi: 1 l etanol, 8 g potasyum hidroksit ve 5 g alüminyum parçacıkları bulunan balon geri soğutucu altında **1 saat** kaynatılarak distile edilir. Hangi derişimde hazırlanmak isteniyorsa o kadar potasyum hidroksit distile edilen etanolde çözülür. 3-5 gün bekletildikten sonra üstteki berrak kısım alınarak kullanılır. Örneğin 0,1 N etanollü potasyum hidroksit çözeltisi hazırlanması isteniliyorsa 5,6 g KOH alınır ve 1 distile edilen etanol ile tamamlanır ve ayarlanır.

Deneyin Yapılışı

Deney tüpüne **10 damla** deney numunesi koyulur. Üzerine **5 ml etanollü KOH** çözeltisi eklenir. Tüpün içerisine bir kaç tane kaynama taşı ve bir cam boru yerleştirilerek **20 dakika boyunca 90° C**' deki bir su banyosunda kaynatılır. Bu süre sonunda tüp alınarak üzerine **1 ml** saf su eklenir ve iyice çalkalanır. Tüpün içerisinde bulanıklık oluşuncaya kadar su eklenmeye ve çalkalanmaya devam edilir. **5 ml saf su** eklense dahi bulanıklık yoksa numunede mineral yağ yoktur.

15. TEREYAĞI-SÜT YAĞI REFRAKTOMETRE İNDİSİ TAYİNİ (TS 1334)

Tanım

Refraktometre indisi, belirli bir sıcaklık derecesinde ve belirli bir dalga boyunda çözeltilerin ışık kırma gücünü belirten bir değer olup sodyum ışık doğrultusunun giriş ve kırılış açılarının sinüslerinin oranıdır.

Prensip

Tereyağının eritilmesi ile elde edilen süt yağının, bu işe elverişli bir refraktometre yardımı ile refraktometre indisinin ölçülmesidir.

Cihaz

Refraktometre: İndis birimi skalası virgülden sonraki üçüncü haneye kadar işaretli, sıvı akımıyla prizmaları 40°C'de ısıtılabilen ve sıcaklığı $\pm 0,1$ °C içinde kontrol altında tutabilecek termostatlı.

Işık Kaynağı: Sodyum Buhar Lambası. Refraktometrede akromatik ayarlayıcı bir düzen varsa, beyaz ışık da kullanılabilir.

Deney Numunesinin Hazırlanması

Numune, 2-3 saat 50-60 °C'de tutularak eritilir, yağ kısmı kuru bir süzgeç kağıdından süzülür. Süzüntü berrak değilse, süzme tekrarlanır. İyice karıştırılmış ve suyundan arınmış berrak ve erimiş yağ tayinde kullanılır.

Tayin

Refraktometre hazırlanır ve gereğine göre ayarlanır (prizmaya distile su konur, ayar tornavidası ile üstteki vida çevrilerek ekranda sıfır çizgisini göstermesi sağlanır). Sıvı akımın sıcaklığı $40 \pm 0,1$ °C'ye getirilir.

Refraktometre prizmaları arasındaki boşluğu tamamen dolduracak şekilde prizmalar arasına hazırlanan yağdan birkaç damla konulur. Yağın prizma sıcaklığına gelebilmesi için birkaç dakika beklenir. Skala bölüntüsünün ondalık (bu, virgülden sonra dördüncü ondalığı karşılar) tahmini de yapılarak okunur.

Hazırlanmış olan numune üzerinde iki tayin yapılır. Sonuçların gösterilmesi TS 1334'e göre yapılır.



16. AKROLEİN DENEYİ: GERÇEK YAĞ İLE DİĞER YAĞLARIN AYRIMI

Gliserin, susuz potasyum hidrojen sülfat (KHPO_4) ile işleme alınır, ısının da etkisiyle dehidre olarak doymamış bir aldehid olan akroleine dönüşür.

Bir deney tüpüne yaklaşık 1,5g potasyum hidrojen sülfat anhidr ve bir damla gliserin konulur. Tüpün ağız kısmına, amonyaklı gümüş nitrat eriyiği ile ıslatılmış bir kağıt tutulur. Bu durumda, oluşan akrolein gümüş nitratı indirger ve kağıdın rengi kahverengi-siyaha döner.

Bir tüp içerisinde 2-3 g KHSO_4 üzerine 1-2 damla yağ damlatılır ve alevde yakılır, çıkan duman koklanınca burunda iğne batması (AKROLEİN TEMASI) hissi alınır ve örneğin gerçek yağ olduğuna karar verilir. Deneyi doğrulamada saf gliserin kullanılabilir.

Bu deney, gliserin yerine analiz edilecek yağ ile tekrarlanır.

17. TEREYAĞINDA MARGARİN ARANMASI: Turbidite (bulanıklık) deneyi

Analizi yapılacak yağ eritilip susuz sodyum sülfat (**Na₂SO₄**) içerisinden süzülür bir kurutma kağıdı ve huni yardımı ile bir tüpe süzülür. Suyu alınmış olan bu yağdan 2ml alınarak bir deney tüpüne aktarılır. Üzerine 2ml alkol karışımı (İki kısım 96 derecelik **etil alkol** + bir kısım **izoamil alkol**) eklenir. İçine bir termometre yerleştirilen tüp, yavaş ateş üzerinde, karışım berraklaşınca kadar, hafif hafif karıştırılarak tutulur. **Kaynamamasına** özen gösterilir. Berraklaşma gözlenince ateşten alınır, tekrar bulanıklık görülünceye kadar karıştırılır. Bulanıklığın ilk gözlendiği an termometreden karışımın sıcaklık derecesi okunur:

42 – 53 °C ⇒ saf tereyağı

53 – 65 °C ⇒ margarin karıştırılmış tereyağı

65°C ve üzeri ⇒ saf margarin

18. GIDALARDA KOKUŞMANIN BELİRLENMESİ

a) Nessler Reaktifi ile Kokuşmanın (Amonyak) Belirlenmesi

Yöntemin Prensibi

Kokuşmanı varlığı, amonyağa karşı duyarlı bir reaktif olan Nessler reaktifi ile belirlenir

Kullanılan Kimyasallar

Nessler reaktifi: 30 g $HgCl_2$ ve 37 g KI 250 ml saf suda çözülür. Bu sırada kırmızı renkli HgI çöker. Çökelek çözeltilen ayrılır ve saf su ile iyice yıkanır. Yıkama çözeltilisi atılır. Üzerine 30 g katı KI ilave edilir ve bu karışım çözünecek hale gelene kadar saf su ilave edilir. Kompleksin üzerine 100 g katı NaOH ilave edilir ve çözdürülür. Soğutulduktan sonra toplam hacim 500 ml olana kadar saf su ilave edilir.

Deneyin Yapılışı

Petri kutusuna analizi yapılacak örnekten bir miktar koyulur ve üzerine Nessler ayıracından damlatılır. Kokuşma sonucu oluşan amonyak ortamda bulunuyorsa açık portakal renginden koyu portakal renge kadar değişen renkler oluşur.

b) Kurşun Asetat ile Kokuşmanın (Hidrojen Sülfür) Aranması

Yöntemin Prensibi

Örnekteki bozulma ve kokuşmanın H_2S ile saptanması ilkesine dayanır.

Kullanılan Kimyasallar

%20'lik kurşun asetat $Pb(CH_3COOH)_2 \cdot 3H_2O$: 20 g kurşun asetat bir miktar saf suda çözündürülür ve 100 ml'lik balon jöjeye aktarılarak hacim çizgisine kadar saf su eklenir.

Deneyin Yapılışı

%20'lik kurşun asetat çözeltilerine daldırılan süzgeç kağıtları açık havada kurutulur. Kapalı bir petri kutusunun kapağına süzgeç kağıdı hafif ıslatılarak yapıştırılır ve örnekte petri kutusunun içerisine yerleştirilerek kapağı kapatılır.10-15 dakika beklenir. Süzgeç kağıdının üzerinde oluşan siyah renk kokuşmanın göstergesidir.

19. SÜTTE KORUYUCU MADDE ARANMASI

Ayıracılar:

- 1) **Ferri klorür (FeCl₃) çözeltisi:** Distile su ile %25-26 konsantrasyonunda hazırlanır.
- 2) **Nessler ayıracı:** 6,44g civa iyodür (HgI₂) ve 4g potasyum iyodür (KI) bir miktar distile suya eritildikten sonra çözelti yine distile su ile 40ml'ye tamamlanır. Üzerine %30'luk potasyum hidroksitten (KOH) 60ml eklenir ve süzgeç kağıdından süzülür.
- 3) **Rozalik asit:** Etil alkol ile %1'lik konsantrasyonda hazırlanır.
- 4) **Gümüş nitrat (AgNO₃) çözeltisi:** Distile su ile %10'luk konsantrasyonda hazırlanır.
- 5) **Amonyum ferri sülfat:** Distile su ile %1'lik konsantrasyonda hazırlanır.
- 6) **Vanadik asit:** Vanadik asitten 1g tartılır, 50 ml 1,840 yoğunluktaki sülfürik asit ile eritilir, distile su ile 100ml'ye tamamlanır.

Analizler:

- 1) **Salisilik asit:** Bir deney tüpüne 10ml süt alınır, üzerine 5 damla ferri klorür eklenir. **Mor** renk pozitif, sarı renk negatif sonucu gösterir.
- 2) **Formol:** Bir deney tüpüne 5ml süt alınır, üzerine 5 damla nessler ayıracı eklenir. **Koyu kahve** ya da **siyah** renk pozitif sonucu gösterir.
- 3) **Sodyum bikarbonat:** Bir deney tüpüne 3-5ml süt alınır, üzerine 1-2 damla rozalik asit eklenir. **Pembe** renk pozitif sonucu gösterir.
- 4) **Potasyum bikromat:** Bir deney tüpüne 2ml süt alınır, üzerine 1ml gümüş nitrat eklenir. **Sarı-turuncu** renk pozitif sonucu gösterir.
- 5) **Potasyum tiyosiyanat:** Bir deney tüpüne bir miktar süt alınır, üzerine bir miktar amonyum ferri sülfat eklenir. **Kiremit kırmızısı** renk pozitif sonucu gösterir. Bu koruyucu madde genellikle hidrojen peroksit ile birlikte kullanılır.

6) Hidrojen peroksit:

- a) Test kağıdı süt ile temas ettirilir, 15 saniye içinde oluşan **mavi** renk pozitiftir.
- b) Bir deney tüpüne alınan 5ml süt üzerine birkaç damla vanadik asit eklenir. Damlatıldığı noktada oluşan **kahverengi** renk pozitif sonucu gösterir.
- c) Bir deney tüpüne alınan 5ml süt üzerine 5 damla %2'lik parafenilendiamin eklenir. **Mavi** renk pozitif sonucu gösterir.

Not: Sütte bozulmayı önlemek için en çok salisilik asit, sodyum bikarbonat ve hidrojen peroksit kullanılır. Ekşiyen sütte kostik (NaOH) kullanılır. Formol pahalı. Potasyum bikromat ise süte sarı renk verir.