

Deney No: 3a YAĞLI TOHUM ANALİZLERİ

Deneyin Amacı :

Endüstriyel tarım ürünlerinden ay çekirdeği, soya fasulyesi, pamuk, kanola, fındık gibi bitkilerin kalite değerlendirmesinin yapılması amacıyla; yapılarında bulunması gereken bazı kimyasal maddeler (yağ, azot, inorganik bileşenler olarak kül gibi) ile nem, pH gibi bazı fiziksel özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

Yağlı tohumlarda kalite kontrolü genellikle; ürünü fiyatlandırma, kıymet takdiri ve yağ oranının yağ sanayi için uygun olup olmadığına karar vermek amacıyla yapılmaktadır.

Bitkisel yağ üretiminin çeşitli basamaklarında, bazı fiziksel ve kimyasal analizler yapılarak yağın durumu ve kalitesi tespit edilir. Elde edilen sonuçlara göre, yağ işlem basamağının hangi aşamada ve bu basamakta yağın ne durumda olduğuna, buna göre de işleme son verilip verilmemesi gerektiğine karar verilir.

1. Teori

İçerdikleri yağ, protein, karbonhidrat, mineral maddeler ve vitaminler nedeniyle, insan ve hayvan beslenmesinde önemli bir yere sahip olan yağlı tohumlar, aynı zamanda, sanayi sektörü için de önemli bir hammadde kaynağını oluşturmaktadır. Yağlı tohumlu bitkiler çok yönlü kullanım alanlarına sahip, asrın harika bitkileri olarak bilinmektedir. Yağlı tohumlardan elde edilen yağlar, insan beslenmesinde önemli bir enerji kaynağını oluşturmaktadır. Hayvansal kökenli yağların üretiminin pahalı ve yeterli olmaması nedeniyle, insan beslenmesi için gereksinim duyulan yağların büyük bir kısmı (%92.1), bitkisel kökenli yağlardan karşılanmaktadır. Yeryüzünde tohumlarında yağ içeren çok sayıda bitki olmasına rağmen, bugün sanayide işlenerek tohumlarından yağ elde edilen bitkilerin başında; Soya, ayçiçeği, çığit (pamuk), kolza, yerfıstığı, susam, aspir, hintyağı, haşhaş, keten, kenevir, jojoba, mısır (mısır özünden), zeytin, hurma (palm) ve Hindistan cevizi (coco) gelmektedir. Yağlı tohumlu bitkilerin ham yağ üretimi yanında, çok değişik faydaları bulunmaktadır. Soya ve yerfıstığı gibi baklagiller familyasına dahil yağlı tohumlu bitkiler, havanın serbest azotunu toprağa bağladıkları için, yetiştirildikleri bölgelerde tarım topraklarına önemli faydalar sağlamaktadır.

Yağlı tohumlu bitkilerin başlıca endüstriyel kullanım alanları;

- Bitkisel yağ üretimi,
 - Karma Yem Üretimi
 - Yeşil veya tohum şekli hayvan besini olarak
 - Ekim nöbeti bitkisi olarak
 - Çeşitli işlenmiş gıda ve ilaç sektöründe hammadde veya katkı olarak
 - Biyodizel üretiminde
- Şeklinde sıralanabilir.

Bitkisel yağlar kimyasal olarak yağ asitlerinin trigliseridleri olarak bilinir ve üç yağ asidi ile bir gliserin molekülünün birleşmesinden meydana gelir.

2. Deneysel Çalışmalar

2.1. Nem Tayini

Yağlı tohumun içerdiği su miktarını belirlemek için yapılır. Yağlı tohumda nem kütlece yüzde olarak verilir. Nem tayini; temizlenmiş tohumlarda yapılır. Ancak kuruyan ve yarı kuruyan yağ içeren küçük daneli yağlı tohumlarda öğütme işlemi yapılmaz, analiz bütün tohumda yapılır.

2.1.1. Cihaz ve Malzemeler:

- Genel Laboratuvar Malzemeleri
- Numune Kabı (saat camı veya kroze)
- Etüv, desikatör

2.1.2. Deneyin Yapılışı:

Etüv daha önceden çalıştırılarak $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklığa getirilir. Numune kabı etüve konarak bu sıcaklıkta yarım saat bekletilir. Daha sonra desikatörde oda sıcaklığına soğutularak hassas bir şekilde tartılır (m_1). Tohum numunesi öğütülmemiş ise havanda ezilerek öğütülür ve 5-10 gr'lık bir kısım, numune kabına alınarak hassas bir şekilde tartılır (m_2). Tartılan kap etüve konur ve sabit tartıma gelinceye kadar $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta kurutulur. Kurutulan numune desikatörde soğutularak aynı kaptan tartılır (m_3).

2.2. Yağ Miktarı Tayini

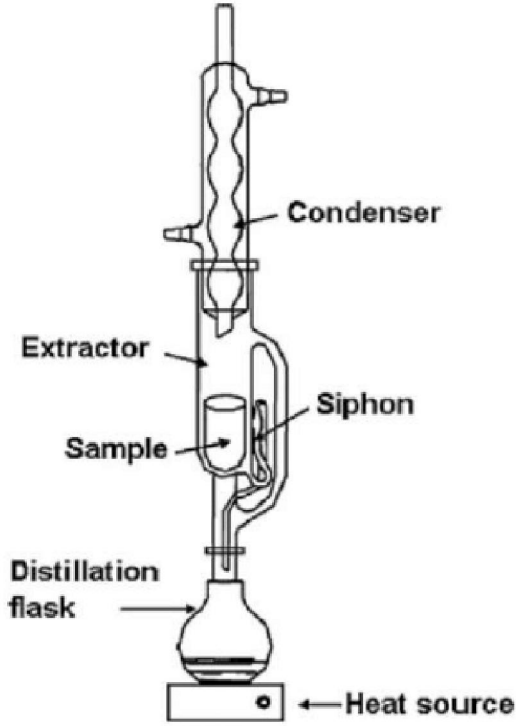
Yağlı tohumlardaki yağ miktarı, tohumlardan ekstrakte edilen yağın tüm miktarıdır ve yüzde olarak ifade edilir. Bu analiz, yağlı tohumlardan yabancı maddelerin tamamı temizlenerek yapılır. Sonuç ifade edilirken de analizin saf tohumda yapıldığı belirtilmelidir.

2.2.1. Cihaz ve Malzemeler:

- Genel Laboratuvar Malzemeleri
- Soksilet cihazı, Şekil 1'de görülen
- Hegzan veya Petrol eteri, Kaynama noktası 60°C 'un altında olan
- Kesikli distilasyon sistemi

2.2.2. Deneyin Yapılışı

Soksile cihazının balonu etüvde 105°C 'de kurutularak sabit tartıma getirilir ve desikatörde soğutulduktan sonra hassas bir şekilde tartılır (m_1). 5-10gr öğütülmüş numune, hassas bir şekilde tartılarak (m_2) kartuş içine alınır. Kartuş soksile cihazının üst balonuna konur. Tartımı alınan balon joje içine hacminin 3/4'ü kadar petrol eteri eklendikten sonra Şekil 1'de şematik gösteri verilen deney düzeneği kurulur ve orta şiddette bek alevi veya mantolu ısıtıcı ile ısıtmaya başlanır. 4-5 saat süre ile (10 dakikada bir sifon yapacak şekilde) ekstraksiyon gerçekleştirilir. Ekstraksiyon sonunda ısıtma kesilerek sistem soğutulur ve petrol eterinin tamamı alt balona alındıktan sonra yağ içeren bu karışım damıtılarak ayrılır ve balonda sadece yağın kalması sağlanır. Balon 105°C 'deki etüve konarak sabit tartıma getirilir. Desikatörde soğutulduktan sonra hassa bir şekilde tartılır (m_3).



Şekil 1 Deney Düzenegi.

2.3.Kül Tayini

2.3.1. Cihaz ve Malzemeler:

- Genel Laboratuvar Malzemeleri
- Platin veya Nikel Kroze
- Oksijenli Su

2.3.2. Deneyin Yapılışı:

Kroze 700⁰C'deki fırına konarak sabit tartıma getirilir, desikatörde soğutulduktan sonra hassas bir şekilde tartılır (m_1). Kroze yaklaşık 3 gr numune konarak tekrar tartılır (m_2). Kroze içindeki numune bek alevinde kömürleştirilir. Daha sonra 700⁰C'deki fırına konarak kül edilir. Fırından çıkarılan kroze içinde yanmamış karbon kalıntısı görülürse birkaç damla oksijenli su ile ıslatıldıktan sonra tekrar fırına konur ve yakma işlemi tamamlanır. Yanma sonunda fırından çıkarılan kroze desikatörde soğutulur ve hassas bir şekilde tartılır (m_3).

2.4. pH Tayini

2.4.1. Cihaz ve Malzemeler:

- Genel Laboratuvar Malzemeleri
- Soksile Cihazı, Şekil 1'de görülen
- pH Metre
- Petrol Eteri
- Damıtık Su

2.4.2. Deneyin Yapılışı:

Hassas bir şekilde tartılan 2 gr numune kartuça konur ve soksile cihazında petrol eteri ile 4 saat ekstraksiyona tabi tutulur. Her 10 dakikada bir sifon yaptırılarak gerçekleştirilen ekstraksiyon sonunda numune saat camına alınır ve oda sıcaklığında kurutulur. Kuru numune behere aktarılarak üzerine 100 ml Damıtık su eklenir ve 20±2⁰C'de 1 gün bekletilir. Numunenin üzerindeki berrak çözelti alınarak cihaz vasıtasıyla pH'ı ölçülür.

2.5. Suda Çözünen Madde Miktarı

2.5.1. Cihaz ve Malzemeler:

- Genel Laboratuvar Malzemeleri
- Soksile Cihazı, Şekil 1’de görülen
- Erlen, Kapaklı
- Çalkalama Cihazı, Dakikada 50-60 devir yapabilen
- Petrol Eteri
- Sülfirik Asit
- Damıtık Su

2.5.2. Deneyin Yapılışı:

Yaklaşık 10gr numune hassas bir şekilde tartılarak (m_1) kartuş içine yerleştirilir ve soksile cihazına konur. Petrol eteri ile ekstrakte edildikten sonra süzgeç kağıdına alınan numune açık havada bekletilir ve çözücünün uçması sağlanır. Kapaklı erlene konan numunenin üzerine 25-26⁰C’de 500 ml damıtık su eklenir. Kapağı kapatılan erlen, çalkalama cihazına yerleştirilir ve bu sıcaklıkta 2 saat çalkalanır.

Porselen kapsül 100⁰C’deki etüve konarak sabit tartıma getirilir, desikatörde soğutulduktan sonra tartılır (m_2). Çalkalama sonunda erlendeki çözelti derhal süzülür. Pipetle 50ml. süzüntü alınarak porselen kapsüle aktarılır. Kapsül su banyosunda ısıtılarak içindeki çözelti kuruluğa kadar buharlaştırılır. Kapsül 100⁰C’deki etüve konarak sabit tartıma getirilir ve desikatörde kurutulduktan sonra tartılır (m_3).

2.7. Azot Tayini

Gübre analizlerinde yapılan deney prosedürü uygulanır.

3. Hesaplamalar:

Tayin deneyleri sonucunda yapılan ölçümlerden her bir analizde hesaplanması gereken değerlerin ifadeleri aşağıda özetlenmiştir.

Numunedeki nemin kütleli yüzdesi (R) Denklem 1 ile verilen bağlantıdan hesaplanır.

$$\% \text{ Nem} = \left[\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \right] \times 100 \quad (1)$$

Burada;

m_1 : Kabın kütlesi, gr

m_2 : Numune + Kap kütlesi, gr

m_3 : Kurutulmuş numune + Kap kütlesi, gr

Numunedeki yağın kütleli yüzdesi Denklem 2’den hesaplanır.

$$\% \text{ yağ} = \left[\frac{m_3 - m_1}{m_2} \right] \times 100 \quad (2)$$

Burada;

m_1 : Balonun kütlesi, gr

m_2 : Numunenin kütlesi, gr

m_3 : Yağ + Balon kütlesi, gr

Numunedeki külün kütleli yüzdesi Denklem 3 ile hesaplanır.

$$\% \text{ Kül} = \left[\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \right] \times 100 \quad (3)$$

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ
KM 481 Kimya Mühendisliği Laboratuvarı II

Burada;

m_1 : Krozenin kütlesi, gr

m_2 : Numune + Kroze kütlesi, gr

m_3 : Kül + Kroze kütlesi, gr

Numunenin pH değeri cihazdan okunur ve bir ondalıklı olarak verilir.

Numunedeki suda çözünen maddenin kütleli yüzdesi (S) Denklem 4 ile hesaplanır.

$$\% S = \left[\frac{m_3 - m_2}{m_1} \right] \times 1000 \quad (4)$$

Burada;

m_1 : Numune miktarı, gr

m_2 : Krozenin kütlesi, gr

m_3 : Kalıntı + Kroze kütlesi, gr

Numune azotun kütleli yüzdesi (A) Denklem 5-6'dan hesaplanır.

$$\% A = \left[\frac{1,4 \times N \times (V_2 - V_1)}{m} \right] \quad (5)$$

Burada:

N: Ayarlı NaOH çözeltisinin konsantrasyonu, N

V_1 : Deneyde harcanan bazın hacmi, ml

V_2 : Tanık deneyde harcanan bazın hacmi, ml

m: Numunenin kütlesi, gr

Numunedeki yağlı tohum maddesinin kütleli yüzdesi (D) ise aşağıdaki bağıntıdan hesaplanır.

$$D = 5,62 \times A \quad (6)$$

Numunedeki Cr_2O_3 ün kütleli yüzdesi (K) Denklem 7 ile hesaplanır.

$$K = \left[\frac{12,62 \times N \times V}{m} \right] \quad (7)$$

Burada;

N: Tiyosülfat çözeltisinin konsantrasyonu, N

V: Harcanan tiyosülfat çözeltisinin hacmi, ml

m Numunenin kütlesi, gr

4. Deney Sonuçları ve Değerlendirme

Bölüm 2'de verilen tayin deneylerinden en az biri laboratuvar çalışması sürecinde (tercihen yağ tayini) gerçekleştirilir ve sonuçlar olması gereken değerlerle karşılaştırmalı olarak aşağıda verilen tablo formatında düzenlenerek sunulur.

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ
KM 481 Kimya Mühendisliği Laboratuvarı II

Tablo 1Y analiz deney sonuçları

Bileşen	Ölçülen Değer	Standart Değer	Standarttan sapma
%Nem			
% Yağ			
% Kül			
pH			
%Suda Çözünen Madde Miktarı			
% Azot			

Kaynaklar:

1. C. Tüzün, Biyokimya, Palme Yayınları, Ankara, 1991
2. C. Cevre, Organik Sınav Kimya, MEB Yayınevi, İstanbul, 1987
3. M. Demir ve Çalark, Analitik ve Sınav Kimya Laboratuvarı, MEB Basımevi, İstanbul, 1984
4. Türk Standartları
5. D.A. Skoog and D.M. West, Fundamentals of Analytical Chemistry, CBS College Publishing Japan, 1982
6. TS 1511 / Ekim 2000, Tahıllar ve Öğütülmüş Tahıl Ürünleri - Toplam Kül Muhtevası Tayini
7. TS 1135 ISO 712 / Ocak 2001, Tahıl ve Tahıl Ürünleri Rutubet Muhtevası Tayini - Rutin Referans Metot; TS 7474 / Nisan 2003,
8. TS 4967 / Kasım 1986, Tahıl ve Tahıl Ürünleri Toplam Yağ Miktarı Tayini
9. TS 3075 / Kasım 2001, İç Fındık

SORULAR:

1. Yağlı tohumların kimyasal yapısını izah ediniz.
2. Trigliserid, gliserin nedir ne tip reaksiyon verirler.
3. Bitkisel yağ üretim proseslerinin üretim basamakları nelerdir.
4. Besin maddesi olarak kullanımında ne tip ilave besinler içerirler.
5. Ekstraksiyon nedir? Tipleri nelerdir?
6. Katı sıvı ekstraksiyonda madde denklıkları nasıl kurulur.
7. Suda çözünen madde miktarı eşitliğini, ilgili deneyi dikkate alarak çıkartınız.
8. Azot tayini deneyinde balondaki çözelti niçin bazik yapılıdır? Bu işlemde NaOH yerine amonyak kullanılabilir mi?
9. Yağlı tohumda azot miktarını veren eşitliği, ilgili deneyi göz önüne alarak çıkartınız.