

## Jódszám vizsgálatok összehasonlítása

RASKOVICS JÁNOS

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete, Budapest

A növényi és állati eredetű zsírok és olajok főtömegükben magasabb zsírsavak glicerinesztereinek elegyéből állanak, s emellett még kis mennyiségben szabad zsírsavakat és el nem szappanosítható vegyületeket is tartalmaznak. A zsírok és olajok minőségük, illetve származásuk szerint ezen telített és telítetlen glicerinesztereket különböző keverési arányban tartalmazzák. Szilárd zsírokban sztearinsavas és palmitinsavas, olajokban az olajsavas, míg száradó olajokban a linol és linolénsavas glicerineszterek vannak túlsúlyban. Ezeknek azonosítása a zsírok és olajok származásának felismerése miatt szükséges, de közvetlen meghatározásuk nagyon körülményes.

A telítetlen zsírsavak mennyiségére nézve, azok halogén megkötő képessége ad felvilágosítást. A zsírok és olajok jódmegkötő képességét a jódszámmal fejezzük ki, amely megadja, hogy a zsíradék vagy olaj mennyi jódot képes addíció folytán felvenni. Jód helyett egyéb halogén is felhasználható az addícióra, de az eredményt rendszerint jódegyenértékben adjuk meg. A halogén addíció sebessége a telítetlen zsírsavak szerkezetétől függ. Az addíció annál gyorsabban és tökéletesebben megy végbe, minél messzebb van a zsírsavak kettős kötése a karboxilgyököktől. A meghatározás pontosságát az olajokban és zsírokban esetleg jelenlevő víz vagy más szennyezések befolyásolják, ezért mindig vízmentes és szűrt mintából kell a meghatározást elvégezni.

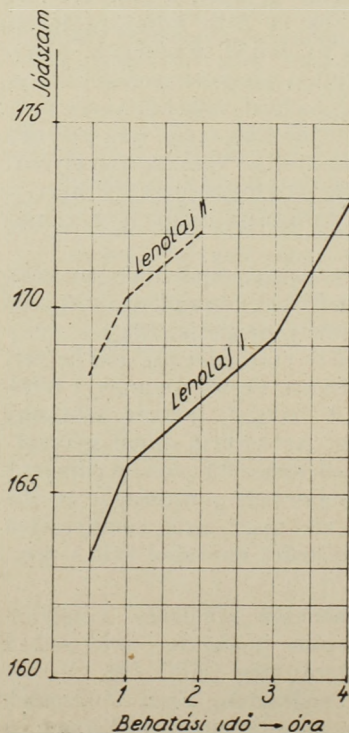
Számos jódszám meghatározási módszer ismeretes. Leggyakrabban használatosak *Winkler I.* jódszám módszere, amelynél a jódbromszámot jódometrikusan határozza meg. (Ph. Hg. V.), a *Kaufmann-*, *Wijs-*, *Hanus-* és *Hübl-féle* módszerek. Ezen módszerek eredményei között lényeges eltérések mutatkoznak, különösen a fenti *Winkler I.* és *Kaufmann* féle módszer között.

Az alábbiakban azon összehasonlító vizsgálati eredményeket közlöm, melyeket ezen két módszerrel a *Winkler II.* bromatometrikus és *Winkler IV.* gravimetrikus eljárással nyertem.

A jódszám meghatározásához a várható jódszám szerint különböző mennyiségű zsiradékot kell lemérni. Ezeknek mennyisége a különböző módszereknél azonos. Kivételt képez a *Winkler IV.* féle gravimetrikus eljárás, amelynél 0,15–0,20 g-ot mértem be a vizsgálendő zsiradékból.

Fentiek figyelembevételével a bemérendő zsiradék mennyisége a következő:

0 – 30 várható jódszám esetén	1,0 g
30 – 50 várható jódszám esetén	0,6 g
50 – 100 várható jódszám esetén	0,3 g
100 – 150 várható jódszám esetén	0,2 g
150 – 200 várható jódszám esetén	0,15 g



I. ábra

Az eljárást a *Winkler* által előírtak szerint végeztem (1) figyelembe véve az MNOSZ 3634-ban lefektetetteket is (2). Már az 1909-ben megjelent Magyar Gyógyszerkönyv (3) a jódszám meghatározását *Winkler* módszerével írja elő. *Kaufmann* pedig kísérletsorozatokkal bebizonyította eredményeinek megbízhatóságát (4).

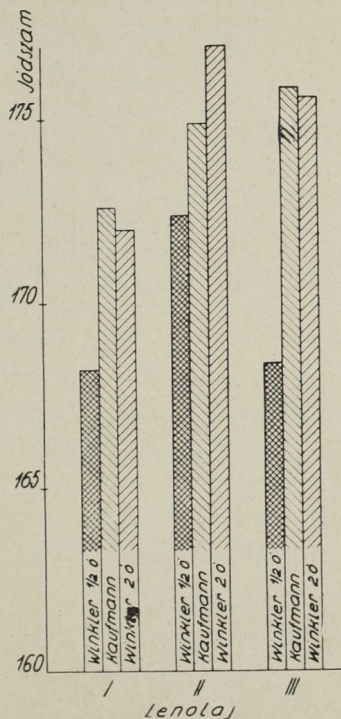
*Winkler* bromatometrikus módszere is igen pontos: előnye ezen eljárásnak az, hogy a drága KJ-ot nem kell használni (5). A súly szerinti jódbromszám meghatározására is közül *Winkler* igen értékes adatokat (6).

A száradó és félig száradó olajokban a teljes halogén addíció hosszabb időt vesz igénybe, tekintve, hogy nagyfokú telítetlenséget kell lekötöni. Ezért a behatási időt két lenolaj mintánál *Winkler I.* módszerével külön tanulmányoztam. Az eredményeket grafikusán az 1 ábra szemlélteti.

Az ábrán látható, hogy a vizsgált lenolajok esetében a teljes ha-

logén addíció fél óra alatt nem következik be, mert fél órán túl is jelentős halogén megkötés tapasztalható. Az I. sz. lenolajnál 4 óra behatási idő alatt a jódszám majdnem lineárisan emelkedik 163,2-ről 172,8-re; ezzel szemben a II sz. lenolajnál 2 óra alatt elérte a teljes telítettséget. Három másik lenolajminta összehasonlító eredményét a 2. ábra tünteti fel grafikusán. Itt összehasonlítottam a *Winkler I* sz. eljárást a *Kaufmann*-féle eljárással fél órás és két órás behatási idő mellett. Az ábrából kitűnik, hogy lenolaj esetében a *Winkler*-féle eljárás két órás behatási idő mellett a *Kaufmann*-féle eljárással végzett meghatározással sokkal jobban egyező értékeket ad, mint az eredeti *Winkler*-féle eljárás fél órás behatási idővel.

Vizsgálati eredményeimet az 1. táblázatban közlöm, amely a különböző eljárásokkal meghatározott jódszámok összehasonlítását mutatja. A jódszámokat három, illetve ötszörös párhuzamos vizsgálattal határoztam meg s ezeknek középértékét tüntettem fel a táblázatban.



2. ábra

A táblázatból kitűnik, hogy *Winkler I.* és *Winkler II.* eljárása között az egyezés egy esetet kivéve (lenolaj II.) nagyon jó. *Winkler I.* és *Kaufmann* eljárása között a száradó és félig száradó olajok esetében a *Kaufmann*-féle eljárás magasabb értékeket ad. Ez azzal magyarázható, hogy a *Kaufmann*-féle eljárás hosszabb behatási ideje alatt a halogén addíció nagyobb mértékű. A *Winkler I.* és *Winkler IV.* eljárása között is a száradó olajok esetében mutatkozik nagyobb eltérés. Az eltérés itt is arra mutat, hogy a *Winkler I.* eljárásával száradó olajok esetében a halogén addíció nem tökéletes. A *Winkler IV.* eljárásánál a reakció egyrészt melegen, másrészt hosszabb ideig folyik le, s így meg van a lehetőség a tökéletesebb halogén megkötésre.

## A különböző eljárásokkal meghatározott jódszámok összehasonlítása

A megvizsgált olaj neme	A vizsgálati módszer				Eltérés (W. I.— K.) között	Eltérés (W. I.— W. II.) között	Eltérés (W. I.— W. IV.) között
	Winkler I (W. I.)	Winkler II (W. II.)	Winkler IV (W. IV.)	Kauf- mann (K)			
Ricinus	87,1	86,7	89,0	85,2	—1,9	—0,4	+1,9
Szőlőmag	112,4	111,6	111,3	113,1	+0,7	—0,8	—1,1
Pálmamag	56,4	56,5	58,5	56,8	+0,4	+0,1	+2,1
Repece	98,9	98,6	99,0	97,2	—1,7	—0,3	+0,1
Napraforgó	128,7	128,6	128,0	131,5	+2,8	—0,1	—0,7
Len II.	168,2	163,8	173,2	172,6	+4,4	—4,4	+5,0
Len III.	172,4	173,4	181,5	174,9	+2,5	+1,0	+9,1
Len IV.	168,4	168,8	178,9	175,9	+7,5	+0,4	+10,5
Faggyú	48,2	47,4	51,8	47,3	—0,9	—0,8	+3,6
Sztearinsav	7,6	7,8	8,5	7,8	+0,2	+0,2	+0,9

## A II. sz. lenolaj jódszámának meghatározása a Ph. Hg. V. szerint

A megvizsgált olaj neme	Bemért mennyiség g-ban	A fogyasztott n/10 thio- szulfát oldat ml-ben	Jódszám	Középtérték
Len II.	0,1086	13,20	154,2	155,9
	0,0860	10,65	157,1	
	0,1026	12,65	156,4	

A Ph. Hg. V. ugyancsak a *Winkler I.* eljárást használja a jódszám meghatározására (7), csak kisebb mennyiségű reagenssel, ezért a lenolaj II mintánál ezzel az eljárással is végeztem meghatározást (2. táb.). A meghatározás eredménye azt mutatja, hogy a kisebb mennyiségű reagens még alacsonyabb jódszám értékeket ad, tehát itt a halogén megkötés még tökéletlenebb.

Értékelve a vizsgálati eredményeket megállapítható, hogy a *Winkler I.* és *Winkler II.* eljárása száradó olajok esetében alacsony értékeket ad. Ennélfogva kívánatos a *Winkler I.* eljárást úgy módosítani, hogy a behatási idő száradó olajok esetében fél óra helyett két óra legyen, továbbá a Ph. Hg. V. által előírt eljárást oly módon megváltoztatni, hogy 25 ml reagens helyett 50 ml reagenst használnak fel a jódszám meghatározásához, valamint száradó olajok esetében a behatási időt két órára emeljék fel.

### ÖSSZEFOGLALÁS

A szerző összehasonlító vizsgálatokat végzett *Winkler* jódometrikus, bromatometrikus, gravimetrikus módszere és a *Kaufmann*-féle eljárás között. Vizsgálat tárgyává tette a behatási időt és a felhasznált reagensek mennyiségét is.

### СОПОСТАВЛЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ ИОДОВЫХ ЧИСЕЛ

*Е. Рашковити*

Автор сравнил результаты исследований, полученных по иодометрическо-броматометрическим способом Винклера, по гравиметрическим способом и по методу Кауфмана. Также исследования время воздействия реагентов и их потраченное количество.

### VERGLEICHENDE UNTERSUCHUNGEN VON JODZAHLBESTIMMUNGSVERFAHREN

*J. Raskovits*

Der Verfasser führte vergleichende Untersuchungen zwischen der jodometrischen, bromatometrischen und gravimetrischen Methode nach Winkler und dem Kaufmann'schen Verfahren aus. Es wurde auch der Einfluss der Reaktionszeit und der Menge der verwendeten Reagenzien geprüft.

### IRODALOM

- (1) *Winkler, L.*: Z. U. L. 32. 358, 1916.
- (2) MNOSZ 3634.
- (3) Pharmacopea Hungarica Ed. III. S. XI. 1909.
- (4) *Kaufmann*: Studien auf dem Fettgebiet 1935.
- (5) *Winkler, L.*: Z. U. L. 43. 201, 1922.
- (6) *Winkler, L.*: Pharm. Zentralhalle 66. 241. 1925.
- (7) Pharmacopea Hungarica Ed. V. S. XI. 1909.