

PROTEİN ANALİZİ

Tanım

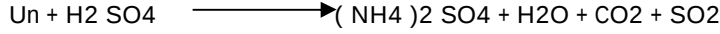
Ticarette tane ve unun ekmekçilik değeri açısından sınıflandırılmasında protein miktarı bir kriter olarak kabul edilmektedir. Protein miktarı ile unun fizikokimyasal özellikleri arasında yakın bir ilişki vardır. Bu bakımdan azot tayini buğday ve un için önemli bir analitik kalite kontrol kriteridir.

Azotlu maddelerin miktarı çeşide, ekim mevsimine, hava şartlarına, bitkinin beslenme imkanlarına göre değişiklik gösterir. Genel olarak sert buğdaylar yumuşak buğdaylara, yazlıklar kışlıklara göre daha çok azotlu madde ihtiva ederler. Dönmeli buğdaylar sert çeşidine göre daha az azot içerirler.

Prensib

Organik maddedeki azotu yakarak inorganik hale dönüştürmek ve daha sonra damıtarak titrasyonla miktarının tespitine dayanmaktadır.

A. YAKMA: Unun derişik (d: 1.83-1.84) sülfürik asitle tahrip edilmesidir. İşlem sırasında amonyum sülfat, su, karbondioksit ve kükürt dioksit gibi ürünler oluşur.



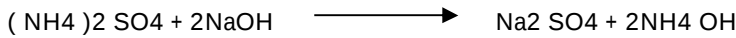
Katalizör karışımı:

K_2SO_4 veya $\text{Na}_2\text{SO}_4 = 100 \text{ g}$ (kaynama noktasını yükseltir)

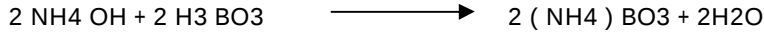
$\text{Cu SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 10 \text{ g}$ (reaksiyonu hızlandırır)

Selen = 1 g (katalizör görevi yapar)

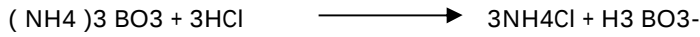
B. DAMITMA: Amonyagi damıtarak borik asitte tutmaktır.



Yakma aşamasında oluşan amonyum sülfat üzerine NaOH ilave edilirse Na₂Sülfatı bağlar ve Na₂SO₄ oluşur. Ortamdaki amonyum, NH₄ OH' e dönüşür. Damıtma aşamasında NH₄ OH su buharı ile uçarak soğutucuda yoğunlaşır ve erlendeki borik asitle reaksiyona girerek amonyum borat oluşur.



C. TİTRASYON: Damıtma aşamasında oluşan amonyum borat, HCl ile titre edilirse amonyum borattaki amonyum klorür ile tuz oluşturur. Yani klorür amonyum borattaki amonyumu ayrıştırır ve kendisi birleşir.



Deneyin Yapılışı

Deney Kjeldahl metoduna göre yapılır. Gerhart Vapodest 30 model protein tayin cihazında yapılacaktır.

GEREKLİ KİMYASALLAR

H₂ SO₄ d = 1.84

NaOH: Her 100 g 'da yaklaşık 33 g NaOH bulunan 500 g NaOH 1000 ml suda çözülerek hazırlanır.

0.1 N borik asit : 40 g borik asit lt'ye tamamlanır.

İndikatör : 2 g metil kırmızısı ile 1 g metilen mavisi %95'lik (v / v) etilalkolde çözülür ve lt'ye tamamlanır. Ph 5.4'te renk dönüşümü olur. Kahverengi şişede, karanlık ve serin yerde saklanmalıdır.

Protein tayin cihazı iki parçadan oluşmaktadır. Yakma ünitesi – damıtma ünitesi. Yakma ünitesi çeker ocakta bulunur ve zehirli gaz çıkışı su trompuna bağlıdır. Yakma haznesi ve 8 tane yakma tüpü vardır. Sıcaklığı 420 °C 'ye çıkabilmektedir.

Damıtma ünitesinin iki adet görülebilir kapağı vardır. Alt kapağı açıldığında solda yakma tüpünün yerleştirileceği yuvası, sağda ise destilatın toplanacağı erlenmayerin oturtulduğu bölme vardır. Damıtma kısmının bağlantı parçaları ise saf su tankı, NaOH tankı, atık su tankı ve soğutma suyu bağlantısıdır. Ayrıca aletin içinde buhar tankı bulunur. Düzenek otomatik olarak işlemleri yapar. Program kısmından gerekli program girilir ve bir kaç dakikada damıtma işlemi biter.

0.5 – 1 g un külsüz filtre kağıdı üzerinde tartılır ve yakma ünitesine konulur. Üzerine 20 ml derişik H₂ SO₄ eklenir. Tüp standa, stand ise yakma ünitesine yerleştirilir. Su trompu, aspiratör ve aletin ısıtma sistemi çalıştırılır. Düşük dereceden başlayarak sıcaklık 400 – 420 °C 'ye kadar yükseltilir. Isıtmanın başlangıcında numune simsiyah olur ve köpürür. Köpürmenin tüpten taşmamasına ve N içermeyen köpük kırıcının ilavesine dikkat edilmelidir. Yakma işlemine numunenin rengi açık yeşilimsi hal alınca kadar devam edilir. Yakma süresi numunenin yapısına bağlı olarak 1 – 2 saat sürer. Sonra tüpler 30 – 40 °C 'ye kadar soğutulur.

400 ml'lik erlenmayere 50 ml %4'lük 0,1 borik asit konur. Üzerine 3 – 4 damla protein belirtci ilave edilir. Damıtma ünitesindeki yerine yerleştirilir. Hortumun erlenmayerin içindeki borik asidin içine dalması sağlanır. Daldırılmazsa N borik asitle reaksiyona girmeden uçabilir.

Soğutulmuş yakma tüpü damıtma ünitesindeki yerine yerleştirilir. Alet çalıştırılır. Ekranda " H " görülür, anlamı buhar tankındaki suyun ısıtıldığını ve henüz buhar verecek kapasiteye ulaşmadığını gösterir. Ekranda "H" kaybolup "P" işareti görüldüğünde alet çalışmaya hazırdır. Program yüklenir. Prog tuşuna basınca "P" yerine "1" çıkar ve alt ekran 0.05'e ayarlanır. Bu yakma tüpüne 5 sn saf su verileceğini belirtir. Prog tuşuna basılır "2" çıkar ve alt ekran 012'ye ayarlanır. Bu yakma tüpüne 12 sn NaOH (%33) ilave edileceğini belirtir. Ekrana "3" çıktığında reaksiyon süresi "4" damıtma süresi ve alt ekran 100 'e ayarlanır. Damıtmanın % 100 buhar gücüyle çalışacağını gösterir. Ekranda "5" çıktığında alt ekran 025'e ayarlanır. Bu yakma tüpünde kalan atılacak maddenin 25 sn'de boşaltılacağını belirtir. Program girildikten sonra "run" tuşuna basılır ve damıtma ünitesi otomatik olarak çalışmaya başlar. Bu arada soğutma suyu da sürekli akar. İlk olarak 5 sn'de (25 ml) saf su yakma tüpüne aktarılır. 12 sn'de %33'lük NaOH (80 ml) ve buhar tankından kızgın buhar verilerek yakma tüpü kaynatılır. Kaynama ile birlikte NH₄ OH su buharıyla birlikte buharlaşır ve geri soğutucuya çarpan su buharı yoğunlaşarak, borik asit bulunan erlenmayere damlar. Su buharıyla taşınan amonyum hidroksit borik asitle reaksiyona girerek amonyum borat oluşturur. Erlenmayerdeki mavi renk yeşile döner. Damıtma tamamlandıktan sonra erlenmayere alınır ve 0,1 N HCl ile titre edilir. Sarfiyat kaydedilir. Kör denemesi yapılır. Sonuçlar kuru madde üzerinden ifade edilir.

$$(V_2 - V_1) * N * F * 0.014 * 100 * 100$$

$$\%AZOT = \frac{\quad}{\quad}$$

$$\text{Örnek} * (100 - R)$$

$$\text{KURU MADDEDE \% PROTEİN} = \% AZOT * 5,7$$

V₁ = Kör denemedeki HCl sarfiyatı

V₂ = Esas denemedeki HCl sarfiyatı

N = HCl normalitesi

F = HCl faktörü

R = Nem miktarı



Ücretsiz Danışma Hattı

0 533 925 25 04