Etude des lipides d'une matière grasse: le beurre

Les déterminations qui suivent seront faites sur le beurre total.
La matière grasse du beurre étudié représente 84 % en masse.
Pour obtenir la matière grasse seule on peut l'extraire suivant les indications données en annexe.

1. Détermination des indices: (Attention lors de l'utilisation des produits volatils et inflammables)

1.1. Indice d'acide: I_A

1.1.1. Essai:

Dans un erlenmeyer de 150 mL, introduire:

- une masse m exacte voisine de 2 g de beurre
- 20 mL de solvant isobutanol-éthanol
- E1 = 10 mL de KOH alcoolique de concentration molaire voisine de 0,2 mol/L
- 2 gouttes de phénolphtaléine

Doser par une solution d'acide chlorhydrique de concentration molaire voisine de 0,2 mol/L (valeur exacte donnée en classe), en agitant constamment, jusqu'à décoloration stable pendant une trentaine de secondes.

1.1.2. Témoin:

Dans un erlenmeyer de 150 mL, introduire:

- 20 mL de solvant isobutanol-éthanol
- E1 = 10 mL de KOH alcoolique de concentration molaire voisine de 0,2 mol/L
- 2 gouttes de phénolphtaléine

Doser par la solution d'acide chlorhydrique.

1.1.3. Résultats:

Calculer l'indice d'acide du beurre total.
Interpréter le résultat avec l'annexe 2.

1.2. Indice de saponification: I_S

1.2.1. Essai:

Dans un ballon à saponification introduire:

- une masse m exacte voisine de 0,5 g de beurre
- 20 mL de solvant isobutanol-éthanol
- E1 = 20 mL de KOH alcoolique de concentration molaire voisine de 0,2 mol/L

Adapter et fixer un réfrigérant à air sur le ballon.
Porter au bain-marie bouillant pendant 45 minutes.
Agiter fréquemment.
Les vapeurs de solvant doivent se condenser dans la moitié inférieure de la canne de verre.

- Ajouter 2 gouttes de phénolphtaléine.

Doser par la solution d'acide chlorhydrique.

1.2.2.Témoin:
Opérer sans matière grasse, dans les mêmes conditions que l'essai, sur un volume E2 = 10 mL de KOH alcoolique.

1.2.3.Résultats:
- Calculer l'indice de saponification du beurre total.
- En déduire l'indice d'ester de la matière grasse du beurre.

1.3. Indice d'iode: I_i

1.3.1. Essai:
Dans une fiole d'erlemeyer bouchant émeri introduire:
- une masse m exacte voisine de 1 g de beurre
- 20 mL de tétrachlorure de carbone (sous la hotte)

Dissoudre complètement la matière grasse.
Ajouter:
- 20 mL de réactif de Wijs

Placer 30 minutes à l'obscurité , en agitant de temps en temps.
Ajouter
- 100 mL d'eau distillée.
- 20 mL de KI à 100 g/L

Doser par une solution de thiosulfate de concentration molaire connue, voisine de 0,2 mol/L.
Agiter fortement entre chaque ajout de thiosulfate. En fin de réaction, les deux phases doivent être incolores.

1.3.2. Témoin:
Réaliser un témoin sans matière grasse dans les mêmes conditions que l'essai.

1.3.3. Résultats:
Calculer l'indice d'iode de la matière grasse du beurre.

1.4. Analyse des résultats:

1.4.1. Détermination des caractéristiques du triglycéride le mieux représenté:
En faisant l'approximation pour simplifier, que les substances saponifiables de la matière grasse du beurre sont entièrement constituées de triglycérides, déterminer, en utilisant les valeurs numériques des indices préalablement calculées:
- la masse molaire moyenne de ces triglycérides
- le nombre moyen de doubles liaisons par molécule de triglycéride.

1.4.2. Détermination de la structure du triglycéride le mieux représenté:
Dans le glycéride le mieux représenté, l'acide oléique estérifie une fonction alcool primaire du glycérol et l'acide palmitique estérifie la fonction alcool secondaire.
L'autre fonction alcool primaire du glycérol est estérifié par un acide gras variable RCOOH.
Déterminer le nombre d'atomes de carbone moyen dans la molécule de cet acide gras.

Données: H = 1,0 g/mol O = 16,0 g/mol C = 12,0 g/mol

K = 39,1 g/mol I = 127 g/mol

Acide palmitique: C16:0 Acide oléique: C18:1

2. Analyse chromatographique des esters méthyliques d'acides gras: (CPG)

2.1. Préparation des esters méthyliques:

Dans un tube avec bouchon à vis introduire:

- une masse m voisine de 20 mg de matière grasse (ou un volume apportant la masse équivalente)
- 0,5 mL d'heptane

Agiter.

- 0,2 mL de NaOH à 2 mol/L dans le méthanol.

Porter au bain thermostaté à 60°C pendant 30s à 1 min.
Agiter 10 s.

- 0,2 mL de HCl à 2 mol/L.

Agiter et transvaser dans un petit tube en verre.
Laisser décanter.
Prélever 100 µL de la phase supérieure.
Mettre dans un tube en verre et faire évaporer en milieu ventilé;
Reprendre par 50 µL d'heptane ou de chloroforme.(Extrait B)

2.2. Etude par CPG:

- Phase stationnaire: DEGS phase polaire (succinaye de diéthylène glycol à 10 % sur chromosorb W80/100 Mesch)
- Température: 180°C (ou gradient de 170°C à 200°C)
- Détecteur: FID
- Solvant: heptane ou hexane

  - Injecter un mélange d'esters méthyliques témoins.
  - Injecter l'extrait B.

2.3. Analyse des résultats:

- Faire l'analyse qualitative des chromatogrammes.
- En déduire la nature des acides gras présents dans les triacylglycérols du beurre.
- Calculer le % représenter par chaque type d'acides gras .
- Comparer les résultats avec ceux obtenus par les indices.

*** Annexe 1 :**

Préparation de la matière grasse:

Pour séparer la matière grasse, faire fondre l'échantillon , le laisser reposer à 55°C pendant 2 à 3 h. Extraire la phase grasse et filtrer sur un papier filtre sec.

*** Annexe 2:**

Composition du beurre: le beurre est riche en acide butyrique

C4-C14	25 %
C16	30%
C18	10%
C18-1	30%
autres insaturés	5%

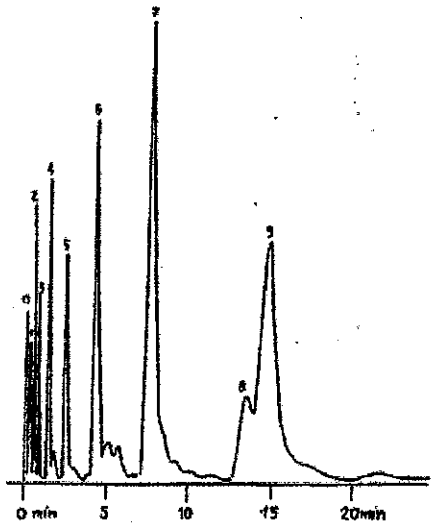

FIGURE 2 - Chromatographie de dérivés d'acides gras de la matière grasse du beurre. Les pics numérotés de 1 à 8 correspondent aux acides gras saturés à 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16 et 18 atomes de carbone; le pic n°9 correspond à l'acide oléique.

(d'après Kurdzal - Savoie)

FEUILLE DE RESULTATS

Nom : **Prénom :**

1. Détermination des indices

1.1. Indice d'acide: I_A

	témoin		essai	
m (g)				
VKOH (mL)				
VHCL (mL)				
I_A =				

1.2. Indice de saponification : I_S

	témoin		essai	
m (g)				
VKOH (mL)				
VHCL (mL)				
I_S =				

1.3. Indice d'iode: I_I

	témoin		essai	
m (g)				
V Wijs (mL)				
Vthiosulfate (mL)				
I_I =				

2. Analyse chromatographique des esters méthyliques d'acides gras: (CPG)

Esters méthyliques	tR
Témoin	
Beurre	

Matière d'œuvre

pour 16 élèves			
Matériel	étiquette	quantité	répartition
Colonne CPG / DEGS 10% sur chromosorb W80/100			
1 appareil CPG			
erlen de 150 mL + canne réfrigérante		30	
beurre "**Président**"		250 g	
KOH alcoolique 0,2 mol/L		2,5 L	16 fl de 150 mL
solvant isobutannol/éthanol (V/V)		3 L	16 fl de 200 mL
HCl 0,2 mol/L titré		2 L	16 fl de 200 mL
phénolphtaléine			
CCl4		1,5 L	
KI 10%		2 L	+ pompe de 10 mL
réactif de Wijs		2 L	+ pompe de 10 mL
Thiosulfate 0,2 mol/L		2,5 L	16 fl de 150 mL
tubes à essais à vis		30	
tube à hémolyse en verre		30	
HCl 2 mol/L dans méthanol		200 mL	
NaOH 2 mol/L dans méthanol		200 mL	
Heptane		250 mL	
Ester méthyliques d'acides gras	palmitique, stéarique,...		
piluliers + bouchons		50	
1 seringue Hamilton			