

	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
	50091.1 - Stanovení čísla zmýdelnění v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Revize	0

STANOVENÍ ČÍSLA ZMÝDELNĚNÍ V ŽIVOČIŠNÝCH A ROSTLINNÝCH TUCÍCH A OLEJÍCH

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje metodu pro stanovení čísla zmýdelnění živočišných a rostlinných tuků a olejů. Číslo zmýdelnění je měřítkem volných a esterifikovaných kyselin přítomných v tucích a mastných kyselinách. Metoda je použitelná pro rafinované a surové rostlinné a živočišné tuky.

Pokud jsou přítomny minerální kyseliny, výsledky poskytnuté touto metodou nejsou použitelné, když nejsou minerální kyseliny stanoveny samostatně.

2 Princip

Zkušební vzorek se zmýdelňuje pomocí varu pod zpětným chladičem s přebytkem ethanolického hydroxidu draselného a následnou titrací přebytku hydroxidu draselného pomocí standardního odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové.

Vyjadřuje se v počtu mg NaOH potřebného pro zmýdelnění 1 g zkoušeného vzorku.

3 Chemikálie

Používají se pouze chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Etanol, objemový podíl 95% nebo 96%.
- 2 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 3 Hydroxid draselný, KOH.
- 4 Hydroxid draselný, KOH, $c(\text{KOH}) \approx 0,5 \text{ mol/l}$. Tento roztok musí být bezbarvý nebo slámově žlutý.

Příprava: Po dobu 1 h se nechá 1 l ethanolu (1) s 8 g hydroxidu draselného (3) a 5 g hliníkových granul zahřívát pod zpětným chladičem, potom se ihned destiluje. V destilátu se rozpustí požadované množství hydroxidu draselného (3) (přibližně 35 g). Nechá se stát několik dní, poté se čistý tekutý supernatant dekantuje od vysráženého uhličitanu draselného do skladovací láhve z hnědého skla.

- 5 Kyselina chlorovodíková, HCl, 35%, $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.
- 6 Kyselina chlorovodíková, HCl, odměrný roztok, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.
- 7 Roztok fenolftaleinu v ethanolu, 0,1%.

Příprava: K asi 500 ml vody (2) se přidá 44 ml HCl (5) a po ochlazení se doplní vodou (2) do 1 litru.

Příprava: Do 100 ml odměrné baňky s asi 50 ml ethanolu (1) navážíme 0,1 g fenolftaleinu, promíchá se a doplní ethanolem po značku.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
	50091.1 - Stanovení čísla zmýdelnění v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Revize	0

8 Roztok alkalické modři 6B v ethanolu, 2,5%.

Příprava: Do 100 ml odměrné baňky s asi 50 ml ethanolu (1) se naváží 2,5 g alkalické modři 6B, promíchá se a doplní ethanolem po značku

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Laboratorní váhy s přesností 1 mg.
- 2 Elektrická laboratorní sušárna s regulací teploty a s kvalitním odvětráním.
- 3 Zařízení pro ohřev - vodní lázeň, topná deska, hnízdo atd.

5 Postup

Do kádinky se s přesností na 5 mg naváží přibližně 2 g vzorku do 250 ml kónické baňky.

Navážka 2 g byla stanovena na základě čísel zmýdelnění 170 až 200. Pro jiná čísla zmýdelnění by měla být hmotnost odpovídajícím způsobem změněna tak, aby přibližně polovina ethanolického roztoku hydroxidu draselného (4) byla neutralizována. Doporučené hmotnosti navážky jsou uvedeny v tabulce 1.

Tabulka 1. Navážky podle očekávaného čísla zmýdelnění.

Očekávaná hodnota čísla zmýdelnění	Navážka
150 až 200	2,2 až 1,8 g
200 až 250	1,7 až 1,4 g
250 až 300	1,3 až 1,2 g
> 300	1,1 až 1,0 g

K navážce se přidá 25 ml ethanolického roztoku hydroxidu draselného (4) a několika varných kamínků. K baňce se po umístění na zařízení pro ohřev připojí zpětný chladič a mírně se vaří 60 min za občasného protřepání. Oleje a tuky s vysokým bodem tání a obtížným zmýdelněním se zmýdelňují 2 h za mírného varu.

K horkému roztoku se přidá 0,5 až 1 ml roztoku fenolftaleinu (7) a titruje se odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové (6) dokud se neobjeví růžové zabarvení indikátoru. Pokud je roztok silně zbarvený, použije se 0,5 až 1 ml roztoku alkalické modři 6B (8).

U stanovení se provede slepý pokus podle předchozího postupu s dalšími 25 ml ethanolického roztoku hydroxidu draselného (4), ale s vynecháním navážky vzorku.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
	50091.1 - Stanovení čísla zmýdelnění v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Revize	0

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Hodnota čísla zmýdelnění X se vypočte podle vztahu

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

kde

- V_0 je objem v ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (6) použitého pro slepou zkoušku,
 V_1 objem v ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (6) použitého pro stanovení,
 c přesná koncentrace v mol/l odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (6)
 m navážka vzorku v g.

7 Literatura

- 1 ČSN EN ISO 3657 – Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení čísla zmýdelnění.