

	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
	50082.1 - Stanovení peroxidového čísla v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Revize	0

STANOVENÍ PEROXIDOVÉHO ČÍSLA V ŽIVOČIŠNÝCH A ROSTLINNÝCH TUCÍCH A OLEJÍCH

1 Rozsah a účel

Metoda je určena pro stanovení peroxidového čísla živočišných a rostlinných tuků a olejů jodometricky.

Peroxidové číslo je měřítkem množství chemicky vázaného kyslíku v tucích a olejích ve formě hydroperoxidů.

Metoda je použitelná pro všechny živočišné a rostlinné tuky a oleje, mastné kyseliny včetně jejich směsí s peroxidovým číslem do 30 meq (miliekvivalent) aktivního kyslíku v kg vzorku. Dále je metoda použitelná pro margaríny a tukové pomazánky s různým obsahem vody. Metoda není vhodná pro mléčné tuky a nelze ji použít na lecithiny.

Poznámky

1 *Je nutné vzít do úvahy, že hodnota peroxidového čísla je dynamický parametr, který je závislý na historii vzorku. Jeho stanovení je vysoce empirický proces a získaná hodnota závisí na hmotě vzorku. Je třeba zdůraznit, že v předepsané navážce vzorku může být peroxidové číslo lehce nižší než to získané z nižší navážky.*

2 Princip

Zkušební vzorek se rozpustí v isooktanu a kyselině octové za přídavku jodidu draselného. Jód uvolněný peroxidy je stanoven jodometrickou titrací s roztokem škrobu jako indikátorem a odměrným roztokem thiosíranu sodného.

3 Chemikálie

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

- 1 Isooktan.
- 2 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 3 Kyselina octová, $C_2H_4O_2$, koncentrovaná.
- 4 Směsný roztok kyseliny octové a isooktanu.
Příprava: Do 100 ml odměrné baňky se napipetuje 60 ml kyseliny octové (3) a 40 ml isooktanu (1) a důkladně promíchá.
- 5 Jodid draselný.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
	50082.1 - Stanovení peroxidového čísla v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Revize	0

6 Nasycený roztok jodidu draselného.

Příprava: V kádince se rozpustí přibližně 14 g jodidu draselného (5) v 8 ml vařící vody (2). V roztoku nesmí zůstat nerozpuštěné krystaly. Po ochlazení se roztok uchovává v temnu a před každou zkouškou se připravuje čerstvý.

7 Thiosíran sodný, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

8 Standardní roztok thiosíranu sodného, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Příprava: Do 1000 ml odměrné baňky navážíme přesně 15,811 g thiosíranu sodného (7) a postupně dokonale rozpustíme v čerstvě vařené vodě. Po vychladnutí se doplní vodou (2) po značku a skladuje maximálně 1 měsíc v hnědé láhvi.

9 Standardní roztok thiosíranu sodného, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Příprava: 100 ml standardního roztoku thiosíranu sodného (8) se napipetuje do 1000ml odměrné baňky. Naředí se opět horkou vodou (2), která čerstvě přešla varem, nechá se vychladnout a doplní se po značku. Následně přelijeme do hnědé láhve. Před každou zkouškou se připravuje čerstvý.

10 Škrob v práškové formě.

11 Škrobový roztok, indikátor, $c = 1 \text{ g/100 ml}$.

Příprava: V kádince se smíchá 0,5 g práškového škrobu (10) s malým množstvím studené vody (2). Tato směs se převede do 50 ml vařící vody, nechá se několik vteřin povařit a pak se rychle ochladí. Roztok se připravuje před každou zkouškou vždy čerstvý.

4 Přístroje a pomůcky

1 Laboratorní váhy s přesností 1 mg.

2 Magnetické míchadlo.

3 Mikrovlnná trouba.

Poznámky

2 *Mikrovlnná trouba se použije pro snadné a rychlé rozpuštění tuhých vzorků. Vhodné podmínky jejího použití by měly být testovány předem. Správné a opatrné použití mikrovlnné trouby by nemělo vést ke zvýšení hodnoty peroxidového čísla.*

5 Postup

Do 250ml Erlenmeyerovy láhve, předem propláchnuté roztokem kyseliny octové a isooktanu (4), se s přesností na 0,1 mg naváží 5,0 g $\pm$ 0,1 g nebo 10,0 g $\pm$ 0,1 g vzorku, přičemž nižší navážka platí pro očekávané peroxidové číslo od 1 do 30 a vyšší pro hodnotu 0 až 1.

Navážka vzorku se za lehkého kroužení lahví rozpustí v 50 ml roztoku kyseliny octové a isooktanu (4), přidá se 0,5 ml roztoku jodidu draselného (6), Láhev se uzavře a její obsah se pak přesně 1 min lehce promíchává krouživým pohybem na magnetickém míchadle nebo manuálně.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
	50082.1 - Stanovení peroxidového čísla v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Revize	0

Láhev se otevře a ihned se přidá 100 ml vody (2), zároveň se opláchne dno zátky a následně se opět lehce promíchá krouživým pohybem.

Ihned po promíchání se uvolněný jód titruje standardním roztokem thiosíranu sodného (8) z oranžovo žlutého do světle žlutého zabarvení. Po přidání 0,5 ml škrobového roztoku (11) se obsah láhve titruje do odbarvení fialově zabarveného roztoku. Pokud je roztok minimálně 30 s bezbarvý, titrace je ukončena.

Paralelně se provede slepá zkouška. Pokud je spotřeba standardního roztoku thiosíranu sodného (8) vyšší než 0,1 ml, je nutno znovu připravit nasycený roztok jodidu draselného.

Poznámky

- 3 *Z požadovaných zkoušek ve vzorku by mělo být jako první provedeno stanovení peroxidového čísla, přičemž mezi navážkou a vlastním stanovením by neměla být žádná časová prodleva.*
- 4 *Homogenizace vzorku by měla být přednostně prováděna bez zahřívání, provzdušňování a vystavování vzorku přímému slunečnímu záření. V případě tuhých vzorků je jejich rozpouštění zahříváním nutno provádět maximálně 10 °C nad jejich bod tání. Vzorky s viditelnými nečistotami musí být filtrovány, jejich filtrace by měla být uvedena ve výsledkovém protokolu.*
- 5 *Zkouška by měla být prováděna za rozptýleného denního nebo umělého světla a použité laboratorní sklo musí být prostě redukujících a oxidujících látek, proto je vhodné je před použitím propláchnout proudem dusíku nebo oxidu uhličitého.*
- 6 *V Erlenmeyerově láhvi se titruje spodní fáze a proto dochází k (15 – 30) s zpoždění ve změně zabarvení.*
- 7 *V případě hodnoty peroxidového čísla pod 1 se škrobový roztok přidává hned na začátku titrace.*

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Peroxidové číslo se obvykle se vyjadřuje v miliekvivalentech aktivního kyslíku na kg vzorku, může být také vyjádřen v milimolech aktivního kyslíku v kg vzorku. Hodnota v milimolech je poloviční k hodnotě vyjádřené v miliekvivalentech. Vynásobením hodnoty v meq 8 dostáváme hodnotu v miligramech aktivního kyslíku v kg tuku nebo oleje.

Hodnota peroxidového čísla X se vypočte podle vztahu

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 1000}{m}$$

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd	Vydání	1
	50082.1 - Stanovení peroxidového čísla v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Revize	0

kde

- V_1 je objem v ml odměrného standardního roztoku thiosíranu sodného (8) použitého pro stanovení,
- V_0 objem v ml odměrného standardního roztoku thiosíranu sodného (8) použitého pro slepou zkoušku,
- c přesná koncentrace v mol/l odměrného roztoku thiosíranu sodného (8)
- m navážka vzorku v g.

7 Literatura

- 1 ČSN EN ISO 3960 – Živočišné a rostlinné tuky a oleje – Stanovení peroxidového čísla – jodometrické (vizuální) stanovení koncového bodu.