	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10200.1 – Stanovení obsahu glycerolu	Vydání	1
		Revize	1

STANOVENÍ OBSAHU GLYCEROLU

1 Rozsah a účel

Tato metoda specifikuje podmínky pro stanovení glycerolu v surovém glycerinu titrační metodou.

Poznámky

1 *Metoda je použitelná pro analýzu vzorků, které vedle glycerolu neobsahují jiné organické sloučeniny, které mají více než dvě hydroxylové skupiny na sousedních uhlíkových atomech. Jsou to např. cukry, které rovněž reagují s kyselinou mravenčí a ruší stanovení.*

2 Princip

Obsah glycerolu se stanoví acidobazickou titrací. Kyselina mravenčí uvolněná z glycerolu reakcí s jodistanem sodným se titruje roztokem hydroxidu sodného.

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

1 Voda, (demineralizovaná, destilovaná nebo deionizovaná).

2 Kyselina sírová, H_2SO_4 , koncentrovaná.

3 Kyselina sírová, H_2SO_4 , roztok $c(H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.


Příprava: Do 1000 ml odměrné baňky se nalije asi 500 ml vody (1) a přidá se 5,5 ml kyseliny sírové (2). Po vytemperování se doplní vodou (1) po značku a promíchá.

4 Jodistan sodný, $NaIO_4$.


5 Jodistan sodný, $NaIO_4$, roztok, $c = 60\text{g/l}$.

Příprava: 60 g jodistanu sodného (4) se rozpustí asi v 500 ml vody (1), přidá se 120 ml kyseliny sírové (3), doplní se vodou (1) do 1000 ml a promíchá. Doporučuje se tento roztok připravovat těsně před použitím. Roztok se uchovává v tmavé skleněné lahvi se skleněnou zabroušenou zátkou (poznámka 2).

6 Hydrogenftalát draselný, 99,989%, certifikovaný standard.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10200.1 – Stanovení obsahu glycerolu	Vydání	1
		Revize	1

- 7 Hydroxid sodný, NaOH, odměrný roztok $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, neobsahující oxid uhličitý. Dodává se komerčně.
 Stanovení titru: Do titrační nádoby se naváží 0,0800 g až 0,1200 g hydrogenftalátu draselného (6), vysušeného předem při $120 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 3 h, přidá se 50 ml vody (1) a titruje se roztokem hydroxidu sodného (7).
- 8 Polyethylen glykol 200, např. Fluka.
- 9 Polyethylen glykol, vodný roztok 1 : 1 (v/v).
 Příprava: 50 ml polyethylen glykolu (8) se smíchá s 50 ml vody (1).
- 10 Pufrý: pH = 4; pH = 7; pH = 9. Dodávají se komerčně.
- 11 Glycerol.
- 12 Kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná.
- 13 Kyselina chlorovodíková, HCl, roztok $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.
 Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se nalije asi 500 ml vody (1) a přidá se 8,3 ml kyseliny chlorovodíkové (12). Po vytemperování se doplní vodou (1) po značku a promíchá.
- 14 Jodid draselný, KI.
- 15 Jodid draselný, KI, roztok, $c = 150 \text{ g/l}$.
 Příprava: Do 1000ml odměrné baňky se naváží 150 g jodidu draselného (14), rozpustí se asi v 800 ml vody (1) a doplní se po značku. Přípravuje se denně čerstvý.
- 16 Thiosíran sodný, pentahydrát, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- 17 Thiosíran sodný, odměrný roztok, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
 Příprava: 24,817 g thiosíranu sodného (16) se rozpustí ve vodě (1) a doplní do 1000 ml.
- 17 Škrob, roztok, $c = 10\text{g/l}$.
 Příprava: 10 g škrobu se rozmíchá ve 100 ml vody (1), vlije se do 900 ml vroucí vody a nechá se vařit asi 1 min. Po ochlazení se roztok uchovává v lednici při teplotě $(4 - 8) \text{ }^\circ\text{C}$.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10200.1 – Stanovení obsahu glycerolu	Vydání	1
		Revize	1

Poznámky

2 *Kvalita roztoku jodistanu se časem mění. Může se přezkoušet následujícím způsobem: Pipetuje se 10 ml roztoku jodistanu sodného (5) do 250ml odměrné baňky, doplní se vodou (1) po značku a důkladně se promíchá. Do titrační baňky se naváží 500 mg glycerolu (11), přidá se 50 ml vody (1), důkladně se promíchá a přidá se pipetou 50 ml zředěného roztoku jodistanu sodného. Nechá se stát 30 min. Přidá se 5 ml HCl (13), 10 ml roztoku jodidu draselného (15), promíchá se kroužením a přidá se 100 ml vody (1). Titruje se odměrným roztokem thiosíranu sodného (16) za použití škrobu (17) jako indikátoru do vymizení modrého zabarvení. Stejným způsobem se provede slepé stanovení s 50 ml vody (1) bez glycerolu. Z obou spotřeb se vypočte poměr. Počet ml odměrného roztoku spotřebovaného na titraci glycerolu se vydělí počtem ml na titraci slepého pokusu. Je-li poměr v rozmezí 0,750 až 0,765, je jodistanový roztok v pořádku a vyhovuje požadavkům analýzy.*

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 2 Automatický titrátor, např. Mettler Toledo T50 Excellence nebo podobný, opatřený elektrodou pro přímé měření pH a acidobazické titrace ve vodném prostředí.
- 3 Odměrné laboratorní sklo, titrační nádoby.
- 4 Automatické pipety.

5 Postup


Do titrační nádoby se přesně naváží asi 100 mg vzorku, přidá se 50 ml vody (1) a obsah se krouživými pohyby dobře promíchá. pH roztoku se upraví na hodnotu 7,8. K tomu se používá buď roztok hydroxidu sodného (7) nebo roztok kyseliny sírové (3). Potom se přidá 10 ml roztoku jodistanu sodného (5), nádoba se přikryje hodinovým sklíčkem. Umístí se do temna a nechá se stát 30 min. Poté se přidají 2 ml roztoku polyethylenglykolu (9) a nechá se stát za stejných podmínek dalších 20 min. Po uplynutí této doby se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného (7). Slepý pokus se provede stejným postupem, ale bez navážky vzorku.

6 Výpočet a vyjadřování výsledků

Při oxidaci glycerolu jodistanem odpovídá jeden mol glycerolu jednomu molu kyseliny mravenčí, která je titrována hydroxidem sodným.

Pro výpočet obsahu glycerolu v % platí

$$X = (V_1 - V_2) \times c \times 9,209/m$$

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	4
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv 10200.1 – Stanovení obsahu glycerolu	Vydání	1
		Revize	1

kde

- X je obsah glycerolu ve vzorku v %,
 V₁ je spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného při vlastním stanovení v ml,
 V₂ je spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného při slepém stanovení v ml,
 C je přesná koncentrace odměrného roztoku hydroxidu sodného v mol/l,
 m je hmotnost vzorku v g.