 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv	Vydání	1
	10220.1 – Stanovení obsahu vody v glycerolu	Revize	2

STANOVENÍ OBSAHU VODY V GLYCEROLU

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje podmínky pro stanovení obsahu vody ve vzorcích surového glycerolu titrační metodou podle Karl Fischera za použití automatického titrátoru.

Poznámky

1 *Norma ČSN ISO 760 popisuje obě titrační metody, to znamená vizuální i s elektrometrickou detekcí konce titrace. Vizuální metoda se použije, pokud není k dispozici elektrometrické zařízení, ale pouze u bezbarvých vzorků. Jde vždy o přímou titraci. U elektrometrické metody však lze titrovat buď přímo, nebo zpětně. Z obou metod je elektrometrická metoda přesnější, ať už s přímou nebo zpětnou titrací, a proto je doporučena.*

2 Princip

Voda obsažená ve zkušebním vzorku reaguje s roztokem jódu a oxidu siřičitého ve směsi pyridinu s methanolem (Fischerovo činidlo). Fischerovo činidlo se kalibruje titračně přesně známou hmotností vody.


3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Rozpouštědlo pro Karl Fischer titraci, např. Hydranal-Methanol Rapid, Fluka. Dodává se komerčně.
- 2 Fischerovo činidlo, např. Hydranal Composite 5, Fluka. Dodává se komerčně.
- 3 Certifikovaný standardní roztok pro stanovení ekvivalentu Fischerova činidla, např. Hydranal – water standard 10,0. Dodává se komerčně.
- 4 Voda, (demineralizovaná, destilovaná nebo deionizovaná).

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Analytické váhy s přesností 0,0001 g.
- 2 Automatický titrátor pro stanovení obsahu vody Karl Fischerovou titrací, např. Mettler Toledo T50 Excellence s titračním stojanem DV 705 pro Karl Fischerovu titraci.
- 3 Injekční stříkačky skleněné, 1, 10 ml..
- 4 Injekční stříkačky plastové jednorázové, 5 ml, 10 ml.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv	Vydání	1
	10220.1 – Stanovení obsahu vody v glycerolu	Revize	2

5 Postup

5.1 Stanovení ekvivalentu vody Fischerova činidla

Do nádoby titračního stojanu se načerpá asi 40 ml rozpouštědla (1) a předtitruje se Fischerovým činidlem (2). Během předtitrace se odstraní veškerý obsah vody z rozpouštědla (1).

Otevře se ampule s certifikovaným standardním roztokem (3), suchá skleněná injekční stříkačka s dlouhou jehlou se vypláchne asi 1 ml standardu (3) a celý zbytek standardu se ihned nasaje do stříkačky (poznámka 2). Plná stříkačka se umístí na analytickou váhu a váha se vytáruje. Spustí se titrace a do nádoby titračního stojanu se ihned vstříkne (0,5 – 1,0) ml standardu (poznámka 3). Nádobku titračního stojanu je nutno ihned po nadávkování uzavřít. Po nadávkování se injekční stříkačka se zbylým standardem opět zvaží a tím se určí hmotnost standardu nadávkovaného do titrační nádoby. Ekvivalent vody Fischerova činidla se stanoví třikrát bezprostředně za sebou. Software titrátoru vypočte průměrnou hodnotu.

Poznámky


- 2 *Certifikovaný standardní roztok je velmi hygroskopický. Pro dosažení přesnosti a správnosti měření je třeba v nejvyšší možné míře zamezit jeho kontaktu se vzduchem (vzdušná vlhkost).*
- 3 *Musí se pracovat rychle a velmi pečlivě tak, aby při přenášení stříkačky neodkápala žádná kapalina mimo rozpouštědlo v titrační nádobě.*
- 4 *Titrační činidlo je za standardních podmínek stálé, proto je postačující stanovit ekvivalent vody Fischerova činidla pomocí certifikovaného standardu jedenkrát měsíčně. Před každým měřením se ověřuje správnost chodu titrátoru vodou (4).*

5.2 Ověření správnosti chodu titrátoru

Do nádoby titračního stojanu se načerpá asi 40 ml rozpouštědla (1) a předtitruje se Fischerovým činidlem (2). Během předtitrace se odstraní veškerý obsah vody z rozpouštědla (1).

Suchá skleněná injekční stříkačka se vypláchne malým množstvím vody (4) a následně se vodou naplní. Umístí se na analytickou váhu a váha se vytáruje. Spustí se titrace a do nádoby titračního stojanu se ihned vstříkne cca 10 µl vody (4). Nádobku titračního stojanu je nutno ihned po nadávkování uzavřít. Po nadávkování se injekční stříkačka opět zvaží a tím se určí hmotnost vody nadávkované do titrační nádoby.

Stanovení se provádí třikrát bezprostředně za sebou. Výtěžnost tohoto stanovení se musí pohybovat v rozmezí (98 – 102) % rel. V případě, že tomu tak není, musí se stanovit ekvivalent vody Fischerova činidla podle 5.1.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – zkoušení krmiv	Vydání	1
	10220.1 – Stanovení obsahu vody v glycerolu	Revize	2

5.3 Měření

Do nádoby titračního stojanu se načerpá asi 40 ml rozpouštědla (1) a předtitruje se Fischerovým činidlem (2). Během předtitrace se odstraní veškerý obsah vody z rozpouštědla (1).

Do suché injekční stříkačky se nasaje vzorek, vyprázdní se do odpadu a stříkačka se opět celá naplní vzorkem. Plná injekční stříkačka se umístí na váhu a váha se vytáruje. Spustí se titrace, vzorek se ihned vstříkne do nádoby titračního stojanu. Dávkuje se asi 0,1 g vzorku. Po nadávkování se injekční stříkačka umístí na váhu a přesně se stanoví nadávkované množství vzorku.

Poznámka

5 *V průběhu analýzy je třeba mít na paměti, že glycerol je velmi hygroskopický, a proto je nezbytné minimalizovat dobu kontaktu vzorku se vzduchem.*

6 Výpočet a vyjádření výsledku

K výpočtu ekvivalentu vody Fischerova činidla i obsahu vody ve vzorcích se využívá software automatického titrátoru.

Obecně platí následující vztahy:

Ekvivalent vody Fischerova činidla se vypočte podle

$$T = E \times W/V_1$$

kde

T je ekvivalent vody Fischerova činidla v mg/ml,

E je hmotnost nadávkovaného certifikovaného standardního roztoku (3) podle 5.1 v g,

W je přesný obsah vody v certifikovaném standardním roztoku (3), který je uveden v příloženém certifikátu v mg/g,

V₁ je objem Fischerova činidla (2) podle 5.1 v ml.

Obsah vody ve vzorku se vypočte podle

$$X = V_2 \times T/m \times 10$$

kde X je obsah vody ve vzorku vyjádřený v %,

V₂ je spotřeba Fischerova činidla (2) v ml,

T je ekvivalent vody Fischerova činidla v mg/ml,

m je hmotnost nadávkovaného vzorku v g.