	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50079.1 - Stanovení diethyletherového extraktu („veškerého tuku“) v tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	0

STANOVENÍ DIETHYLETHEROVÉHO EXTRAKTU („veškerého tuku“) V TUCÍCH A OLEJÍCH

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje podmínky pro stanovení diethyletherového extraktu tzv. veškerého tuku v tucích a olejích.

2 Princip

Vázané mastné kyseliny (jako mýdla) se uvolní zředěnou kyselinou chlorovodíkovou. Tuk se rozpustí v diethyletheru, vysuší a zbaví nečistot filtrací přes vrstvu bezvodého síranu sodného. Po oddestilování diethyletheru se zbytek vysuší a zváží.

3 Chemikálie

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

1 Diethylether bez peroxidů.

2 Síran sodný, Na₂SO₄, bezvodý.

3 Kyselina chlorovodíková, HCl, 35%, ρ(HCl) = 1,18 g/ml.

4 Kyselina chlorovodíková, HCl, 25%.

Příprava: 2,5 dílu kyseliny chlorovodíkové 35% (4) se ředí 1 dílem vody. Uchovává se při laboratorní teplotě.

5 Chlorid sodný, NaCl.

6 Chlorid sodný, NaCl, 10%

Příprava: NaCl se nejdříve vysuší 2 hodiny při 120 °C, ochladí a uchová v exsikátoru. Do kádinky se naváží 10 g NaCl (5), rozpustí se v malém množství vody a kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky. Baňka se doplní vodou po značku a promíchá.

7 Methyloranž, roztok indikátoru.

8 Aceton.


4 Přístroje a pomůcky

1 Laboratorní váhy s přesností 1 mg.

2 Elektrická laboratorní sušárna s regulací teploty a s kvalitním odvětráním.

3 Vodní lázeň.

4 Topné hnízdo.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50079.1 - Stanovení diethyletherového extraktu („veškerého tuku“) v tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	0

5 Postup

Do kádinky se s přesností na 1 mg naváží 2 až 3 g vzorku, rozpustí se asi v 50 ml diethyletheru (1) a vše se kvantitativně převede do 250 ml dělicí nálevky s 20 ml kyseliny chlorovodíkové (4).

Po přidání 50 ml diethyletheru (1) se vytřepe a po odsazení obou vrstev se spodní vrstva vypustí do druhé dělicí nálevky. Znovu se přidá 20 ml diethyletheru (1), vytřepe se a po odsazení se dolní vrstva vypustí do třetí dělicí nálevky. Přidá se 20 ml diethyletheru (1) a znovu se vytřepe. Etherové extrakty se spojí a promývají 20 ml 10 % roztokem chloridu sodného (6) do neutrální reakce na methyloranž (7).

Promytý diethyletherový extrakt se po vysušení promývacího roztoku přefiltruje filtrem, naplněným do 2/3 bezvodým síranem sodným (2), do vysušené a zvážené baňky asi na 250 ml.

Zbytek extraktu po stěnách dělicí nálevky se spláchne malým nožstvím diethyletheru (1) na filtr a ten se kvantitativně promyje diethyletherem (1).

Diethylether (1) se oddestiluje na vodní lázni nebo topném hnízdě při nejvýše 80 °C a zbytek se vytěsní mírným proudem vzduchu. Pro rychle sušení se přidá 6 ml acetonu (8) a opatrně se suší v sušárně. Zbytek v baňce se vysuší v sušárně při 100 °C do konstantní hmotnosti. Po ochlazení v exikátoru se zvaží.

Poznámky

- 1 *U tuků, které neobsahují mýdlo, stačí navážku vzorku rozpustit v diethyletheru a zfiltrovat vrstvou bezvodého síranu sodného do zvážené baňky.*
- 2 *Obsahuje-li vzorek podíly těžko rozložitelné kyselinou chlorovodíkovou (např. mýdla železnatá, hlinitá a zinečnatá, dále mýdla žíravých zemin nebo látky látky ve studené kyselině chlorovodíkové nerozpustné, které tuk strhují), povaří se odvážený vzorek s 10 ml kyseliny chlorovodíkové (4) v baňce se zpětným chladičem, až se emulze rozloží a dosáhne se vyjasnění obou vrstev. Po ochlazení se obsah baňky vpraví do dělicí nálevky, přidá se 50 ml diethyletheru (1) a vytřepe se podle předepsaného postupu.*

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Diethyletherový extrakt X v hmotnostních procentech se vypočte podle vztahu

$$X = \frac{a \times 100}{n}$$

kde:

- a je hmotnost diethyletherového extraktu v g,
n hmotnost navážky v g

7 Literatura

- 1 ČSN 58 8786 – Metody zkoušení tuků a olejů. Stanovení diethyletherového extraktu („veškerého tuku“).