 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	<b>Jednotné pracovní postupy – testování odrůd</b>  50080.1 – Stanovení jodového čísla	Vydání	1
		Revize	1

## STANOVENÍ JODOVÉHO ČÍSLA

### 1 Účel a rozsah

Postup specifikuje podmínky pro stanovení jodového čísla v živočišných a rostlinných tucích a olejích.

### 2 Princip


Jodové číslo udává množství halogenu (vyjádřené jako jod) v gramech, které se za podmínek metody váže na 100 g tuku. Hodnota jodového čísla je mírou obsahu nenasycených mastných kyselin v tuku.

Na zkušební vzorek oleje rozpuštěný ve směsi cyklohexanu a kyseliny octové se působí Wijsovým činidlem (roztok jodmonochloridu v kyselině octové). Na dvojně vazby mastných kyselin se váže halogen. Přebytek halogenu se stanoví titrací odměrným roztokem thiosíranu sodného.

### 3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- 1 Destilovaná nebo deionizovaná voda.
- 2 Kyselina octová, 99 % (m/m),  $\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1,05 \text{ g/ml}$ .
- 3 Cyklohexan.
- 4 Rozpouštěcí směs.  
Příprava: Smíchá se cyklohexan (3) a kyselina octová (2) v poměru 1 : 1 (V/V). Roztok se připravuje vždy čerstvý, bezprostředně před stanovením.
- 5 Wijsovo činidlo, roztok jodmonochloridu v kyselině octové,  $c(\text{ICl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ . Používá se komerčně dodávaný roztok.
- 6 Jodid draselný, roztok,  $c(\text{KI}) = 100 \text{ g/l}$ .  
Příprava: Naváží se 100,0 g jodidu draselného, rozpustí se a doplní v 1000ml odměrné baňce vodou (1) po značku.
- 7 Thiosíran sodný pentahydrát, odměrný roztok,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .  
Příprava: Naváží se 24,819 g thiosíranu sodného pentahydrátu, rozpustí se ve vodě (1), kvantitativně převede do 1000ml odměrné baňky a doplní po značku vodou (1). Roztok se nechá stát 1 týden při laboratorní teplotě a poté se stanoví faktor.

	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	<b>Jednotné pracovní postupy – testování odrůd</b>  50080.1 – Stanovení jodového čísla	Vydání	1
		Revize	1

## 8 Škrob rozpustný.

Příprava: 30,0 g rozpustného škrobu se naváží a rozpustí se ve 200 ml vody (1). Tento roztok se za stálého míchání přidá do 770 ml vařící vody (1) a 3 min se povaří. Poté se zchladí na laboratorní teplotu. Roztok škrobu se skladuje v chladu a temnu.

## 9 Kyselina chlorovodíková, 35 % (m/m), $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$ .

## 10 Kyselina chlorovodíková, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$ .

Příprava: V kádince se asi do 500 ml vody (1) přidává za stálého míchání 353 ml kyseliny chlorovodíkové (9). Po vytemperování se roztok kvantitativně převede do 1000ml odměrné baňky a doplní vodou (1) po značku.

## 11 Dvojjchroman draselný, roztok, $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,0166 \text{ mol/l}$ .

Příprava: Dvojjchroman draselný se suší 2 h v sušárně při 105 °C. Po ochlazení v exsikátoru se naváží 4,9035 g, rozpustí se ve vodě (1), kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky a doplní po značku vodou (1).

## 4 Přístroje a pomůcky

- 1 Magnetická míchačka.
- 2 Skleněná baňka se zábrusem a skleněným uzávěrem, 250 ml.
- 3 Byreta, 50 ml.
- 4 Analytické váhy s přesností 0,1 mg.

## 5 Postup

### 5.1 Příprava zkušební vzorku


Olej ke stanovení jodového čísla se ze vzorku získá postupem č. 50078.1 – Stanovení obsahu tuku (oleje) v olejnatých semenech.

### 5.2 Stanovení jodového čísla

Velikost navážky oleje závisí na očekávaném jodovém čísle, viz tabulka č. 1.

Do 250ml skleněné baňky se zábrusem se s přesností 0,001 g naváží vzorek a rozpustí se ve 20 ml (resp. 25 ml – viz tabulka č. 1) připravené rozpouštěcí směsi (4). Poté se přidá 25 ml Wijsova činidla (5), promíchá se, baňka se uzavře skleněnou zátkou a nechá se stát 2 h ve tmě (viz pozn. 1). Potom se přidá 20 ml roztoku jodidu draselného (6) a stěny baňky se opláchnou pomocí stříčky vodou (1). Vzorky se titrují za stálého míchání odměrným roztokem thiosíranu sodného (7) do žlutého zbarvení. Poté se přidá několik kapek roztoku škrobu (8) jako indikátoru a pokračuje se v titraci z tmavě modrého zbarvení do stálého bílého zbarvení.

Za stejných podmínek se provede i slepý pokus.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	<b>Jednotné pracovní postupy – testování odrůd</b>	Vydání	1
		50080.1 – Stanovení jodového čísla	Revize

**Tabulka č. 1. Množství oleje a rozpouštěcí směsi potřebné k analýze v závislosti na předpokládané hodnotě jodového čísla.**

Jodové číslo (g I <sub>2</sub> /100 g vzorku)	Hmotnost zkušební vzorku (g)	Objem rozpouštěcí směsi (ml)
< 1,5	15,00	25
1,5 – 2,5	10,00	25
2,5 – 5	3,00	20
5 – 20	1,00	20
20 – 50	0,40	20
50 – 100	0,20	20
100 – 150	0,13	20
150 – 200	0,10	20

### Poznámky


- 1 *Vzorky, které mají hodnotu jodového čísla menší než 150, se při stanovení uchovávají ve tmě 1 h. Vzorky, které mají hodnotu jodového čísla větší než 150, se uchovávají ve tmě po dobu 2 h. Po tuto dobu se uchovávají i vzorky obsahující polymerované produkty, oleje obsahující konjugované mastné kyseliny nebo mastné kyseliny s keto-skupinami.*

### 5.3 Stanovení faktoru odměrného roztoku thiosíranu sodného

Do 250ml titrační baňky se pipetuje 20 ml roztoku dvojjodovanu draselného (11) tj. množství, které odpovídá teoretické spotřebě 20 ml odměrného roztoku thiosíranu sodného (7). Přidá se 20 ml roztoku jodidu draselného (6) a 10 ml kyseliny chlorovodíkové (10). Titruje se thiosíranem sodným (7) za stálého míchání do žlutého zbarvení. Poté se přidají (3 – 4) kapky roztoku škrobu (8) jako indikátoru. Roztok se zbarví tmavě modře. Pokračuje se v titraci do vyjasnění roztoku (nazelenalé zbarvení způsobené vzniklou chromitou solí). Faktor odměrného roztoku thiosíranu sodného se vypočítá podle vztahu:

$$f = \frac{V_{teoret.}}{V}$$

kde  $V_{teoret.}$  je teoretický objem odměrného roztoku thiosíranu sodného (7) potřebný k titraci dvojjodovanu draselného (11) v ml, (20 ml),

	Národní referenční laboratoř	Strana	4
	<b>Jednotné pracovní postupy – testování odrůd</b>	Vydání	1
		50080.1 – Stanovení jodového čísla	Revize

V je skutečný objem odměrného roztoku thiosíranu sodného (7) spotřebovaného při titraci v ml.

## 6 Výpočet a vyjádření výsledků

Hodnota jodového čísla vyjádřená v gramech jódu, vztažených na 100 g oleje se vypočítá podle vztahu

$$X = \frac{126,9 \times f \times c \times (V_1 - V_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \Rightarrow$$

$$X = \frac{12,69 \times f \times c \times (V_1 - V_2)}{m}$$

kde  $c$  je koncentrace odměrného roztoku thiosíranu sodného v mol/l,

$f$  faktor odměrného roztoku thiosíranu sodného,

$V_1$  spotřeba odměrného roztoku thiosíranu sodného při titraci slepého pokusu v ml,

$V_2$  spotřeba odměrného roztoku thiosíranu sodného při titraci vzorku v ml,

$m$  hmotnost zkušební vzorku v g,

126,9 atomová hmotnost jódu v g/mol.

Výsledek je aritmetický průměr dvou získaných hodnot, pokud jsou splněny požadavky na opakovatelnost. Výsledek se zaokrouhlí dle hodnoty jodového čísla tak, jak je uvedeno v tabulce č. 2.

**Tabulka č. 2. Zaokrouhlení výsledků stanovení jodového čísla.**

Jodové číslo (g I <sub>2</sub> /100 g vzorku)	Zaokrouhlení výsledku
< 20	0,1
20 – 60	0,5
> 60	1

## 7 Literatura

- 1 ČSN EN ISO 3961 Živočišné a rostlinné tuky a oleje – Stanovení jodového čísla.