	Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50091.1 - Stanovení čísla zmydelnění v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	0

STANOVENÍ ČÍSLA ZMYDELNĚNÍ V ŽIVOČIŠNÝCH A ROSTLINNÝCH TUCÍCH A OLEJÍCH

1 Rozsah a účel

Metoda specifikuje metodu pro stanovení čísla zmydelnění živočišných a rostlinných tuků a olejů. Číslo zmydelnění je měřítkem volných a esterifikovaných kyselin přítomných v tucích a mastných kyselinách. Metoda je použitelná pro rafinované a surové rostlinné a živočišné tuky.

Pokud jsou přítomny minerální kyseliny, výsledky poskytnuté touto metodou nejsou použitelné, když nejsou minerální kyseliny stanoveny samostatně.

2 Princip

Zkušební vzorek se zmydelňuje pomocí varu pod zpětným chladičem s přebytkem ethanolického hydroxidu draselného a následnou titrací přebytku hydroxidu draselného pomocí standardního odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové.

Vyjadřuje se v počtu mg NaOH potřebného pro zmydelnění 1 g zkoušeného vzorku.

3 Chemikálie

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

- 1 Etanol, objemový podíl 95% nebo 96%.
- 2 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 3 Hydroxid draselný, KOH.
- 4 Hydroxid draselný, KOH, $c(\text{KOH}) \approx 0,5 \text{ mol/l}$. Tento roztok musí být bezbarvý nebo slámově žlutý.


Příprava: Po dobu 1 h se nechá 1 l ethanolu (1) s 8 g hydroxidu draselného (3) a 5 g hliníkových granulí zahřívát pod zpětným chladičem, potom se ihned destiluje. V destilátu se rozpustí požadované množství hydroxidu draselného (3) (přibližně 35 g). Nechá se stát několik dní, poté se čistý tekutý supernatant dekantuje od vysráženého uhličitanu draselného do skladovací láhve z hnědého skla.

- 5 Kyselina chlorovodíková, HCl, 35%, $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g/ml}$.
- 6 Kyselina chlorovodíková, HCl, odměrný roztok, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Příprava: K asi 500 ml vody (2) se přidá 44 ml HCl (5) a po ochlazení se doplní vodou (2) do 1 litru.

- 7 Roztok fenolftaleinu v ethanolu, 0,1%.

Příprava: Do 100 ml odměrné baňky s asi 50 ml ethanolu (1) navážíme 0,1 g fenolftaleinu, promíchá se a doplní ethanolem po značku.

 Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Držitel certifikátu ISO 9001	Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50091.1 - Stanovení čísla zmýdelnění v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	0

8 Roztok alkalické modři 6B v ethanolu, 2,5%.

Příprava: Do 100 ml odměrné baňky s asi 50 ml ethanolu (1) se naváží 2,5 g alkalické modři 6B, promíchá se a doplní ethanollem po značku

4 Přístroje a pomůcky

1 Laboratorní váhy s přesností 1 mg.

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

3 Zařízení pro ohřev - vodní lázeň, topná deska, hnízdo atd.

5 Postup

Do kádinky se s přesností na 5 mg naváží přibližně 2 g vzorku do 250 ml kónické baňky.

Navážka 2 g byla stanovena na základě čísel zmýdelnění 170 až 200. Pro jiná čísla zmýdelnění by měla být hmotnost odpovídajícím způsobem změněna tak, aby přibližně polovina ethanolického roztoku hydroxidu draselného (4) byla neutralizována. Doporučené hmotnosti navážky jsou uvedeny v tabulce 1.


Tabulka 1. Navážky podle očekávaného čísla zmýdelnění.

Očekávaná hodnota čísla zmýdelnění	Navážka
150 až 200	2,2 až 1,8 g
200 až 250	1,7 až 1,4 g
250 až 300	1,3 až 1,2 g
> 300	1,1 až 1,0 g

K navážce se přidá 25 ml ethanolického roztoku hydroxidu draselného (4) a několika varných kamínků. K baňce se po umístění na zařízení pro ohřev připojí zpětný chladič a mírně se varí 60 min za občasného protřepání. Oleje a tuky s vysokým bodem tání a obtížným zmýdelněním se zmýdelňují 2 h za mírného varu.

K horkému roztoku se přidá 0,5 až 1 ml roztoku fenolftaleinu (7) a titruje se odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové (6) dokud se neobjeví růžové zbarvení indikátoru. Pokud je roztok silně zbarvený, použije se 0,5 až 1 ml roztoku alkalické modři 6B (8).

U stanovení se provede slepý pokus podle předchozího postupu s dalšími 25 ml ethanolického roztoku hydroxidu draselného (4), ale s vynecháním navážky vzorku.

	Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – testování odrůd 50091.1 - Stanovení čísla zmýdelnění v živočišných a rostlinných tucích a olejích	Vydání	1
		Revize	0

6 Výpočet a vyjádření výsledků

Hodnota čísla zmýdelnění X se vypočte podle vztahu

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

kde

- V_0 je objem v ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (6) použitého pro slepou zkoušku,
- V_1 objem v ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (6) použitého pro stanovení,
- c přesná koncentrace v mol/l odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové (6)
- m navážka vzorku v g.

7 Literatura

- 1 ČSN EN ISO 3657 – Živočišné a rostlinné tuky a oleje - Stanovení čísla zmýdelnění.