

jména:	
obor:	datum provedení:

přílohy protokolu: nejsou

OKRUHY K PŘÍPRAVĚ

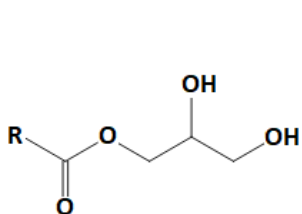
Lipidy a jejich složky. Analýza lipidů. Číslo zmýdelnění, číslo kyselosti, esterové číslo. Chemické výpočty.

PRINCIP ÚLOHY

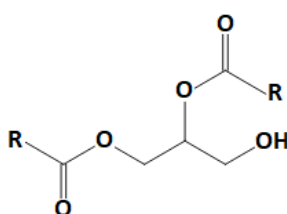
A. Titrační stanovení tukových čísel.

Lipidy jsou důležité přírodní látky nerozpustné ve vodě, které spolu s proteiny, sacharidy a nukleovými kyselinami tvoří základní složky všech živých organismů. Lipidy plní řadu funkcí: jsou potřebné pro stavbu buněčných struktur a tkání, jsou zdrojem energie, chrání organismus před mechanickým poškozením i tepelnými ztrátami, účastní se stavby nervových buněk a obalují nervová vlákna. Také vytváří prostředí, ve kterém se rozpouštějí biologicky významné nepolární látky (vitaminy, hormony, léčiva nebo barviva). Mezi lipidy patří především tuky, oleje a vosky, ale některé lipidy samy fungují jako vitaminy nebo hormony.

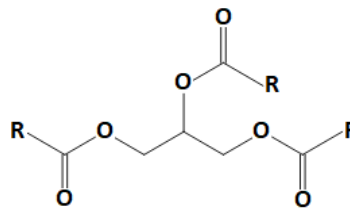
Tuky jsou z chemického hlediska estery vyšších monokarboxylových kyselin (mastných kyselin) s trojsytným alkoholem glycerolem. Pokud jsou všechny hydroxylové skupiny glycerolu esterifikovány mastnými kyselinami, jedná se o triacylglyceroly neboli triglyceridy. Tyto látky jsou hlavní složkou rostlinných olejů a živočišných tuků. Podobně existují také diglyceridy s dvěma esterově vázanými kyselinami na molekulu glycerolu nebo monoglyceridy s pouze jednou esterově vázanou kyselinou.



monoglycerid



diglycerid



triglycerid

Pro charakterizaci vlastností a jakosti tuků a olejů se dříve často používalo a dnes ještě používá stanovení tukových čísel. Vlastnosti tuků vyjádřené hodnotou určitého tukového čísla lze však dnes určit objektivněji a konkrétněji modernějšími metodami, jako je například plynová nebo vysokoúčinná kapalinová chromatografie. Klasický způsob stanovení mnohých tukových čísel je založen na principu titrace. Mezi nejběžněji stanovená tuková čísla patří číslo zmýdelnění, číslo kyselosti a esterové číslo.

Číslo zmýdelnění je definováno jako hmotnost KOH (v mg) potřebného k neutralizaci volných i esterově vázaných mastných kyselin, které jsou přítomny v 1 gramu tuku. Číslo zmýdelnění dostalo svůj název podle mýdla, které se reakcí tuků s hydroxidy vyrábí. Číslo zmýdelnění je ukazatelem vyjadřujícím obsah veškerých mastných kyselin ve vzorku tuku a je nepřímě úměrné délkám řetězců mastných kyselin. Čísla zmýdelnění tuků jakožto esterů delších mastných kyselin jsou tím pádem nižší než čísla zmýdelnění tuků, které jsou estery kyselin s krátkým řetězcem. Číslo zmýdelnění se běžně

používá pro stanovení čistoty tuků a olejů a jeho znalost je důležitá i v procesu odstraňování volné kyselosti při zpracovávání tuků.

Číslo kyselosti udává hmotnost KOH (v mg), který je potřebný k neutralizaci volných kyselin obsažených v 1 gramu tuku. Je tak ukazatelem vyjadřujícím obsah pouze volných mastných kyselin. Jedná se o užitečný a jednoduchý ukazatel čerstvosti tuků, protože v čerstvě zpracovaných tucích je množství volných mastných kyselin velmi nízké, zatímco s postupem času (kvůli rozkladu glyceridů) toto množství roste.

Dle Ministerstva zemědělství smí být například u rostlinných jedlých tuků a olejů maximální přípustné číslo kyselosti 0,6 mg KOH/g, zatímco pro margarín je maximální přípustná hodnota 2 mg KOH/g.

Esterové číslo je definováno jako hmotnost KOH (v mg), který je potřebný k neutralizaci esterově vázaných mastných kyselin obsažených v 1 gramu tuku. Lze je tedy vypočítat jako rozdíl čísla zmýdelnění a čísla kyselosti (esterové č. = č. zmýdelnění – č. kyselosti).

Existují i jiná tuková čísla, jejichž hodnota dále charakterizuje dané vzorky tuků. Například **peroxidové číslo** popisující obsah polárních látek spojených s tvorbou hydroperoxidů (tento údaj tak popisuje stupeň žluklosti tuků). Dalším číslem je **jodové číslo**, které je měřítkem (ne)nasyčenosti tuku (oleje), jelikož popisuje obsah dvojných vazeb, nebo **hydroxylové číslo** popisující obsah hydroxylových skupin. Pro stanovení hydroxylového čísla je nutné acetylovat parciální estery glycerolu. V acetylovaném vzorku se poté stanoví číslo zmýdelnění a hydroxylové číslo se vypočítá jako rozdíl čísel zmýdelnění acetylovaného a původního tuku.

Pro číslo kyselosti se standardně využívá alkalimetrická titrace roztokem hydroxidu, zatímco pro stanovení čísla zmýdelnění se využívá acidimetrická titrace nadbytku hydroxidu roztokem kyseliny (HCl). V tomto cvičení se během stanovení čísla zmýdelnění přidá nadbytek HCl do stanovované směsi, což umožní opět titrovat alkalimetricky. Pro stanovení obou čísel se tak bude analyt titrovat odměrným **ethanolickým roztokem NaOH** (kvůli nerozpustnosti tuků ve vodě nelze použít vodný roztok hydroxidu). Jelikož jsou tuková čísla vztažena k hmotnosti **KOH**, bude získaná spotřeba látkového množství NaOH převedena výpočtem na hmotnostní spotřebu KOH.

PRAKTICKÁ ČÁST A. Titrační stanovení tukových čísel.

Materiál a vybavení:

vzorek tuku (sádlo, máslo, olej)
ethanolický roztok NaOH ($c = 0,5 \text{ mol/l}$)
ethanolický (voda a ethanol v poměru 1:1) roztok NaOH ($c = 0,05 \text{ mol/l}$)
kyselina chlorovodíková HCl ($c = 0,5 \text{ mol/l}$)
0,5% roztok fenolftaleinu v ethanolu
50% ethanol

zkumavky, Pasteurovy pipety, skleněné pipety, vaříč, hrnec, kruhový stojan na zkumavky, skleněná tyčinka nebo homogenizátor, odměrný válec, předvážky, kádinky, lžička, titrační baňky, byreta

Postup:

Následující stanovení čísla zmýdelnění a čísla kyselosti provádějte postupně, nikoliv paralelně (nejdříve provedte stanovení jednoho tukového čísla a až po získání příslušných dat začnete se stanovením dalšího tukového čísla).

Stanovení čísla zmýdelnění:

Následující postup provedte paralelně dvakrát pro každý vzorek tuku!

Navažte 0,2 g vzorku tuku a dejte jej do **vyšší skleněné** zkumavky, následně přidejte 5 ml 0,5 mol/l roztoku NaOH. Vzniklou směs zahřívejte alespoň 20 minut na horké vodní lázni (zahřívejte opatrně pravidelnou regulací vaříče, ať nedochází k agresivnímu bublání směsi). Poté obsah zkumavky přelijte do titrační baňky a přidejte do ní 5 kapek roztoku fenolftaleinu (vznikne růžové zbarvení). Následně přidejte přesně 5 ml 0,5 mol/l HCl (roztok se odbarví). Je potřeba směs důkladně promíchat, aby se odbarvily i vzniklé sraženiny mýdla. Po odbarvení směs titrujte 0,05 mol/l NaOH do trvale růžového zbarvení (stálého alespoň 30 s).

Taktéž zjistěte spotřebu NaOH na **slepý pokus** a to následovně: 5 ml 0,5 mol/l roztoku NaOH zahřejte na horké vodní lázni, roztok přelijte do titrační baňky a přidejte do něj 5 kapek roztoku fenolftaleinu (vznikne růžové zbarvení) a přesně 5 ml 0,5 mol/l HCl (roztok se odbarví). Následně směs titrujte 0,05 mol/l NaOH do trvale růžového zbarvení (stálého alespoň 30 s). Opět provedte dvakrát – průměr získaných hodnot bude sloužit jako reference pro spotřeby hydroxidu u vzorků sádla, másla i oleje.

Stanovení čísla kyselosti:

Následující postup provedte paralelně dvakrát pro každý vzorek tuku!

Jelikož je číslo kyselosti výrazně nižší než číslo zmýdelnění, je pro jeho stanovení nutné použít větší množství vzorku tuku. Proto do **vyšší skleněné** zkumavky navažte 5,0 g vzorku tuku a ohřejte/rozpusťte jej na horké vodní lázni, na které vzorek zahřívejte alespoň dalších 10 minut (zahřívejte opatrně pravidelnou regulací vaříče, ať nedochází k agresivnímu bublání směsi). Následně obsah zkumavky přelijte do titrační baňky a přidejte 15 ml 50% ethanolu, 5 kapek roztoku fenolftaleinu a co nejrychleji titrujte 0,05 mol/l roztokem NaOH do trvale růžového zbarvení (stálého alespoň 30 s).

Taktéž zjistěte spotřebu NaOH na **slepý pokus** a to následovně: Do titrační baňky přidejte 15 ml 50% ethanolu a 5 kapek roztoku fenolftaleinu. Následně směs titrujte 0,05 mol/l NaOH do trvale růžového zbarvení (stálého alespoň 30 s). Opět provedte dvakrát – průměr získaných hodnot bude sloužit jako reference pro spotřeby hydroxidu u vzorků sádla, másla i oleje.

Pozor: U stanovení čísla kyselosti je spotřeba hydroxidu velmi nízká a u příslušného slepého vzorku je spotřeba téměř nulová, proto titrujte opatrně!

Stanovení esterového čísla:

V části „vyhodnocení“ vypočítejte esterové číslo jako rozdíl čísla zmýdelnění a čísla kyselosti.

Vyhodnocení:

Zapište experimentálně zjištěné spotřeby roztoku NaOH do tabulky níže.

číslo zmýdelnění	Vzorek tuku	1. spotřeba [ml]	2. spotřeba [ml]	Průměrná spotřeba [ml]
	sádlo			
	máslo			
	olej			
	slepý pokus			

číslo kyselosti	Vzorek tuku	1. spotřeba [ml]	2. spotřeba [ml]	Průměrná spotřeba [ml]
	sádlo			
	máslo			
	olej			
	slepý pokus			

Stanovení čísla zmýdelnění:

Odečtěte hodnotu průměrné spotřeby roztoku NaOH u slepého pokusu od hodnoty průměrné spotřeby pro vzorek sádla, másla i oleje. Získané objemy zapište níže a vypočítejte látkové množství spotřebovaného NaOH. Vzhledem k tomu, že jsou tuková čísla vztažena k množství KOH a oba hydroxidy reagují při stanovení stejným způsobem, je možné z látkového množství NaOH a relativní molekulové hmotnosti KOH vypočítat hmotnost teoreticky spotřebovaného KOH.

Sádlo: ml 0,05 mol/l NaOH mmol NaOH mg KOH

Máslo: ml 0,05 mol/l NaOH mmol NaOH mg KOH

Olej: ml 0,05 mol/l NaOH mmol NaOH mg KOH

Vypočtené hmotnosti odpovídají množství KOH potřebnému ke zmýdelnění (neutralizaci volných a esterově vázaných mastných kyselin) 0,2 g navážky tuku. Pro získání čísla zmýdelnění převed'te hmotnost spotřebovaného KOH na 1 g tuku.

Číslo zmýdelnění pro sádlo: [mg/g]

Číslo zmýdelnění pro máslo: [mg/g]

Číslo zmýdelnění pro olej: [mg/g]

Stanovení čísla kyselosti:

Odečtěte hodnotu průměrné spotřeby roztoku NaOH u slepého pokusu od hodnoty průměrné spotřeby pro vzorek sádla, másla i oleje. Získané objemy zapište níže a vypočítejte látkové množství spotřebovaného NaOH. Vzhledem k tomu, že jsou tuková čísla vztažena k množství KOH a oba hydroxidy reagují při stanovení stejným způsobem, je možné z látkového množství NaOH a relativní molekulové hmotnosti KOH vypočítat hmotnost teoreticky spotřebovaného KOH.

Sádlo: ml 0,05 mol/l NaOH mmol NaOH mg KOH

Máslo: ml 0,05 mol/l NaOH mmol NaOH mg KOH

Olej: ml 0,05 mol/l NaOH mmol NaOH mg KOH

Vypočtené hmotnosti odpovídají množství KOH potřebnému na neutralizaci volných organických kyselin v 5 g navážce tuku. Pro získání čísla kyselosti převed'te hmotnost spotřebovaného KOH na 1 g tuku.

Číslo kyselosti pro sádlo: [mg/g]

Číslo kyselosti pro máslo: [mg/g]

Číslo kyselosti pro olej: [mg/g]

Stanovení esterového čísla:

Esterové číslo vyjadřuje obsah esterově vázaných mastných kyselin a vypočítá se jako rozdíl čísla zmýdelnění a čísla kyselosti.

Esterové číslo pro sádlo: [mg/g]

Esterové číslo pro máslo: [mg/g]

Esterové číslo pro olej: [mg/g]

KONTROLNÍ LIST

jména:	
obor:	datum provedení:

ÚLOHA 6A

číslo zmýdelnění	Vzorek tuku	1. spotřeba [ml]	2. spotřeba [ml]
	sádlo		
	máslo		
	olej		
	slepý pokus		

Podpis vedoucího cvičení:

číslo kyselosti	Vzorek tuku	1. spotřeba [ml]	2. spotřeba [ml]
	sádlo		
	máslo		
	olej		
	slepý pokus		

Podpis vedoucího cvičení: