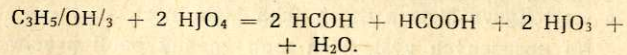


Stanovení glycerinu ve výpalkách jodistanem draselným

LADISLAV NOVÁK, Slezské lihovary a škrobárny, n. p. Ostrava-Svinov

Glycerin, který vzniká jako vedlejší produkt při normálním alkoholovém kvašení, nezachycuje se na běžných lihovarských zařízeních a zatím zůstává v průmyslových výpalkách jako jejich trvalá součást. Vzhledem k tomu, že glycerin ve výpalkách nabývá v současné době na významu, přezkoušeli jsme pro jeho stanovení postup, který je založen na známé skutečnosti, že kyselina jodistá a její soli štěpí oxydačně 1,2-glykoly, α -aminokyseliny, α -hydroxyketony, α -hydroxykyseliny, trojmocné alkoholy a polyalkoholy, přičemž se redukuje na kyselinu jodičnou podle rovnice



V našem případě jsme použili ke stanovení glycerinu jodistanu draselného o nižší koncentraci.

K praktickému použití v lihovarech uvádíme postup při provádění vlastní analýzy, návod k přípravě roztoků a přesnost, které se dosáhlo se standardními roztoky.

Vlastní stanovení

Do odměrné baňky na 250 ml se naváží 10 g zahuštěných výpalků, přidá se 100 ml destilované vody, dokonale promíchá a doplní po značku. Z tohoto roztoku se odpipetuje 50 ml do odměrné baňky na 100 ml, přidá se 5 ml 35% neutrálního octanu olovnatého, a po dokonalém promíchání se připustí 20 ml nasyceného roztoku šťavelanu sodného. Po usazení sraženiny se doplní po značku destilovanou vodou a zfiltruje dvojitým kvantitativním filtrem Schleicher a Schüll s černou páskou. Z filtrátu se odpipetuje 10 ml do odměrné baňky na 100 ml, přidá se 2 g hydroxydu barnatého a ponechá 2 h v chladnu, načež se baňka doplní po značku 96procentním (obj.) alkoholem a vloží

do ledničky na 24 h. Opět se zfiltruje dvojitým kvantitativním filtrem a z filtrátu se odpipetuje 25 ml k analýze.

Do titrační baňky na 250 ml, obsahující 25 ml filtrátu, přidají se 2 kapky fenolftaleinu a titruje se 20% kyselina sírovou do odbarvení. Nato se přidá 25 ml destilované vody a odpaří se při 40 °C asi na 15 ml. Přebytková kyselina sírová se ztitruje zpět 0,1 N uhličitánem sodným do slabě růžového zbarvení a ponechá se 30 min. v klidu při pokojové teplotě. K odpařenému roztoku se odměří 20 ml 0,02 N jodistanu draselného a po 15 min. klidu se přidá 25 ml nasyceného roztoku NaHCO_3 a ihned také 12 ml 0,1 N Na_3AsO_3 a po dalších 15 min. klidu se ztitruje 0,02 N roztokem jodu na škrobový indikátor do prvního modrého zbarvení.

Zároveň se provede slepý pokus tak, že k 20 ml 0,02 N KJO_4 se přidá 25 ml nasyceného roztoku NaHCO_3 a 12 ml Na_3AsO_3 a po 15 min. klidu se ztitruje 0,02 N roztokem jodu škrobový indikátor do prvního modrého zbarvení.

Výpočet

Gramová procenta glycerinu ve výpalkách se vypočtou podle vzorce

$$(a-b) \cdot 0,908 = \text{g}\%, \text{ kde}$$

a ... spotřeba ml jodu při titraci analyzovaného vzorku,

b ... spotřeba ml jodu při titraci slepého pokusu,

0,908 přepočítávací faktor při použití 25 ml filtrátu.

Obsahují-li výpalky víc než 7 % glycerinu, je zapotřebí použít místo 25 ml filtrátu pouze 10 ml, přičemž je přepočítávací faktor 2,27.

Příprava roztoků

0,02 N roztok KJO_4 . Ve 300 ml 0,1 N kyseliny sírové se rozpustí za horka 4,6 g KJO_4 p. a. a doplní do 1000 ml destilovanou vodou.

0,1 N roztok Na_3AsO_3 . Na analytických vahách se odváží přesně 4,9455 g As_2O_3 , který se pak rozpustí za tepla ve 40 ml 1 N NaOH. Potom se přidá 39 až 40 ml 1 N HCl a doplní vodou do 1000 ml. Tento neutrální roztok je trvanlivý.

Škrobový indikátor. Připraví se 1% škrobový roztok, konzervovaný 1 mg HgJ_2/l .

0,02 N roztok jodu. Nejlépe je připravit 0,1 N roztok, který se potom zředí.

Nasyčený roztok $NaHCO_3$

Všechny odměrné roztoky musí mít přesné faktory.

Přesnost metody je uvedena v tab. 1.

K přípravě standardních roztoků bylo použito redestilovaného glycerinu p. a. o váze 1,26.

Závěr

Byla popsána metoda na stanovení glycerinu ve vý-

Tabulka 1
Přesnost metody ke stanovení glycerinu

Standardní roztoky glycerinu %	Zjištěné množství %	Standardní roztoky glycerinu %	Zjištěné množství %
1	0,9888	5	4,9832
2	1,9716	6	5,9928
3	3,0072	7	6,9750
4	4,0060		

palkách, založená na oxydaci glycerinu jodistanem draselným. Je uveden postup při provádění vlastní analýzy, příprava roztoků a přesnost na standardní roztoky.

Literatura

- (1) P. Fleury, M. Fatome: Annales des Fermentations 1, 285 (1935)
- (2) M. A. Amerin, W. C. Dietrich: J. A. Off. Agr. Chem. 26 (1943)
- (3) S. H. Newburger, C. F. Brüning: J. of the Assoc. of Off. Agr. Chemists 30 č. 4 (1947)

Došlo do redakce 15. 7. 1959.

ПРИМЕНЕНИЕ ИОДНОКАЛИЕВОЙ СОЛИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ГЛИЦЕРИНА В БАРДЕ

В статье описывается новый метод разработанный для определения содержания глицерина в барде. Метод основан на принципе окисления глицерина иоднокалиевой солью. Разъясняется методика собственного анализа, даются указания по подготовке растворов и показывается точность метода применительно к стандартным растворам.

GLYZERINBESTIMMUNG IN DER SCHLENPE DURCH KALIUM-JODAT

Es wurde eine Methode zur Glyzerinbestimmung in der Schlenpe beschrieben, welche auf der Oxydation des Glycerins durch Kalium-Jodat gegründet ist. Es wird das Verfahren bei der Durchführung der Analyse, die Bereitung der Lösungen, und die Genauigkeit auf Standardlösungen angeführt.

APPLICATION OF POTASSIUM PERIODATE FOR DETERMINATION OF GLYCERINE IN DISTILLATION RESIDUE

The article deals with a new method which has been developed for determination of glycerine in distillation residue. The method is based on the oxydation of glycerine by potassium periodate. The author describes the preparation and treatment of samples and specific features of analysis. The accuracy of the suggested method is indicated on the results obtained with standard solutions.