

Uradni list Republike Slovenije



Internet: <http://www.uradni-list.si>

e-pošta: info@uradni-list.si

Št. **84**

Ljubljana, četrtek **28. 8. 2003**

Cena **3000 SIT**

ISSN **1318-0576**

Leto **XIII**

MINISTRSTVA

3999. Pravilnik o metodah in postopkih ugotavljanja skladnosti kmetijskih pridelkov oziroma živil

Na podlagi drugega odstavka 64. člena zakona o kmetijstvu (Uradni list RS, št. 54/00 in 58/02 - ZMR-1) izdaja minister za kmetijstvo, gozdarstvo in prehrano

PRAVILNIK

o metodah in postopkih ugotavljanja skladnosti kmetijskih pridelkov oziroma živil*

1. člen

Ta pravilnik določa metode in postopke ugotavljanja skladnosti, ki obsega metode vzorčenja ter fizikalno-kemijske analize za alkoholne pijače, jajca in jajčne izdelke, kis in razredčeno ocetno kislino, žita, mlevske in pekarske izdelke, testenine in hitro zamrznjeno testo, kakavova zrna, kakavove izdelke, čokoladi podobne izdelke, kremne izdelke, kekse in keksom podobne izdelke, sadne in zelenjavne izdelke, mesne izdelke, masti in olja, mleko in mlečne izdelke.

2. člen

(1) Metode vzorčenja ter fizikalno-kemijske analize za:

- alkoholne pijače so določene v prilogi 1, tega pravilnika,
- jajca in jajčne izdelke so določene v prilogi 2, tega pravilnika,
- kis in razredčeno ocetno kislino so določene v prilogi 3, tega pravilnika,
- žita, mlevske in pekarske izdelke, testenine in hitro zamrznjeno testo so določene v prilogi 4, tega pravilnika,
- kakavova zrna, kakavove izdelke, čokoladi podobne izdelke, kremne izdelke, kekse in keksom podobne izdelke so določene v prilogi 5, tega pravilnika,
- sadne in zelenjavne izdelke so določene v prilogi 6, tega pravilnika,
- mleko in mlečne izdelke so določene v prilogi 7, tega pravilnika.

(2) Fizikalno-kemijske analize za:

- mesne izdelke, masti in olja so določene v prilogi 8, tega pravilnika,

(3) Priloge iz prvega in drugega odstavka tega člena so sestavni del tega pravilnika.

3. člen

(1) Ne glede na določbe prejšnjega člena se lahko uporabljajo tudi druge metode vzorčenja ter druge preverjene in znanstveno utemeljene metode za fizikalno-kemijske analize.

(2) Metode za fizikalno-kemijske analize iz prejšnjega odstavka morajo biti preverjene na naslednje parametre:

- specifičnost,
- točnost,
- natančnost; ponovljivost znotraj laboratorija in obnovljivost znotraj laboratorija ter med laboratoriji,
- meja zaznave,
- občutljivost,
- praktičnost in uporabnost,
- meja določanja,
- drugi parametri po izbiri.

(3) Vrednosti natančnosti (ponovljivosti in obnovljivosti) iz tretje alineje prejšnjega odstavka se dobijo z med-laboratorijskim primerjalnim preskušanjem, ter se izrazijo, v skladu z mednarodnim standardom (SIST ISO 5725) o med-laboratorijskih preskušanjih.

4. člen

Z dnem uveljavitve tega pravilnika se prenehajo uporabljati naslednji pravilniki:

- pravilnik o metodah jemanja vzorcev ter kemičnih in fizikalnih analiz za kontrolo kakovosti sadnih in zelenjavnih izdelkov (Uradni list SFRJ, št. 29/83, 37/88 ter Uradni list RS, št. 1/95, 59/99 in 9/01);
- pravilnik o metodah jemanja vzorcev ter metodah kemičnih in fizikalnih analiz mleka in mlečnih izdelkov (Uradni list SFRJ, št. 32/83, 37/88 in Uradni list RS, št. 1/95, 59/99 in 62/03);
- pravilnik o metodah jemanja vzorcev ter kemičnih in fizikalnih analiz beljakovinskih izdelkov za živilsko industrijo (Uradni list SFRJ, št. 41/85, 37/88 in Uradni list RS, št. 1/95 in 59/99);
- pravilnik o metodah jemanja vzorcev ter metodah kemičnih in fizikalnih analiz kakavovih zrn, kakavovih izdelkov, čokoladi podobnih izdelkov, bombonskih izdelkov, kremnih izdelkov, keksov in keksom podobnih izdelkov (Uradni list SFRJ, št. 41/87, 37/88 in Uradni list RS, št. 1/95 in 59/99);
- pravilnik o metodah jemanja vzorcev ter kemičnih in fizikalnih analiz alkoholnih pijač (Uradni list SFRJ, št. 70/87, 37/88 in Uradni list RS, št. 1/95 in 59/99);
- pravilnik o metodah za preskušanje kakovosti jajc in jajčnih izdelkov (Uradni list SFRJ, št. 72/87, 37/88 in Uradni list RS, št. 1/95 in 59/99);
- pravilnik o metodah jemanja vzorcev ter o metodah fizikalnih in kemičnih analiz za kontrolo kakovosti žit, mlevskih in pekarskih izdelkov, testenin in hitro zamrznjenega testa (Uradni list SFRJ, št. 74/88 in Uradni list RS, št. 1/95 in 59/99);
- pravilnik o metodah jemanja vzorcev ter metodah kemičnih in fizikalnih analiz za kontrolo kakovosti kisa razredčene ocetne kisline (Uradni list SFRJ, št. 26/89 in Uradni list RS, št. 1/95 in 59/99).

5. člen

Ta pravilnik začne veljati petnajsti dan po objavi v Uradnem listu Republike Slovenije.

Št. 324-01-16/2003

Ljubljana, dne 11. julija 2003.

EVA 2002-2311-0236

Minister
za kmetijstvo, gozdarstvo in prehrano
mag. Franc But I. r.

* Ta pravilnik vsebinsko povzema Direktivo 85/591/EGS, ki pomeni Direktivo Sveta z dne 20. decembra 1985 o uvedbi metod Skupnosti za vzorčenje in analize za monitoring živil, namenjenih človekovemu prehranjevanju.

METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE ALKOHOLNIH PIJAČ

1. METODE VZORČENJA ALKOOLNIH PIJAČ

Vzorci alkoholnih pijač se jemljejo:

- v proizvodnji - iz proizvodnih partij;
- v prometu - iz embalažnih enot pošiljke.

Vzorci alkoholnih pijač mora jemati uradna oseba.

Vzorec alkoholnih pijač za analizo mora predstavljati povprečno sestavo celotne količine izdelka, od katerega se vzorec vzame v količini, ki je potrebna za laboratorijsko analizo.

S proizvodno partijo alkoholnih pijač je mišljena ustrezna količina izdelkov iste vrste in ustrezne prostornine.

Z embalažnimi enotami alkoholnih pijač so mišljene določene količine istovrstnih izdelkov, pakirane v posamična embalažna pakiranja ustrezne prostornine, z obvezno oznako za identifikacijo.

Vzorec alkoholnih pijač mora obsegati najmanj dva posamično vzeta primerka za analizo in superanalizo; vzorca morata biti identična po sestavi in enaka po masi. Na zahtevo stranke se mora vzeti tudi tretji identični primerek, ki se skupaj z izvodom zapisnika o vzorčenju izroči vložniku zahteve.

Vzorci za analizo alkoholnih pijač, ki niso v izvirnem pakiranju, se pakirajo v posode, ki zagotavljajo ohranitev kakovosti do same analize.

Število vzorcev je odvisno od velikosti proizvodne partije in se določa po tabeli 1.

Tabela 1. Jemanje vzorcev v izvirnem pakiranju

Alkoholne pijače	Količina, od katere se vzame vzorec	Število vzorcev
Jemanje vzorcev v izvirnem pakiranju	iz pošiljke do 100 embalažnih enot	najmanj 1
a) število embalažnih enot	iz pošiljke od 100 do 500 embalažnih enot	najmanj 2
b) število embalažnih enot	enot	najmanj 2
c) število embalažnih enot	za vsakih nadaljnjih 500 embalažnih enot	

Če obsegajo skupaj vzeti vzorci alkoholnih pijač več kot dva posamična primerka - enoti, se oblikuje en vzorec, pri čemer se lahko za vzorec vzame vsak primerek.

Zapisnik o vzorčenju izdelkov mora sestaviti uradna oseba, ki vzame vzorec za analizo. V zapisnik vpiše vse podatke, pomembne za rezultat analize: kraj, datum in čas vzorčenja, namen vzorčenja, vrsto in količino izdelka, od katerega se vzame vzorec, število posamično vzetih vzorcev in količino skupaj vzetega vzorca, oznako za identifikacijo vzorca in količino vzorca, ki se pošilja za analizo.

Zapisnik podpišeta uradna oseba, ki vzame vzorec in stranka.

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE ALKOHOLNIH PIJAČ

2.1 Splošno

Vsi reagenti, ki se uporabljajo za fizikalno-kemijske analize morajo imeti analitično čistočo, voda pa mora biti destilirana.

Natančnost določanja fizikalno-kemijskih analiz alkoholnih pijač v skladu s tem pravilnikom se določi po načelih analitične prakse, izraža pa kot relativni odmik od povprečja, dobljenega z najmanj dvema vzporednima določanjema.

2.2 Fizikalno-kemijske analize

2.2.1 Določanje deleža alkohola

Delež alkohola določamo s piknometrom in alkoholometrom.

A) Določanje alkohola s piknometrom pri temperaturi 20 °C

Princip

Določanje alkohola s piknometrom temelji na določanju relativne gostote destilata brez ekstrakta pri temperaturi 20 °C glede na destilirano vodo s temperaturo 20 °C. Na podlagi tako dobljene relativne gostote odčitamo delež alkohola iz tabele po Osbornu (tabela 2).

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 2) vodno kopel s termostatom s temperaturo 20 °C in natančnostjo $\pm 0,05$ °C (za določanje gostote);
- 3) destilirni aparat, ki je sestavljen iz destilirne buče 250 ali 500 ml, podaljška, hladilnika in lija, ki sega do dna posode;
- 4) merilno bučko 100 ali 200 ml, umerjeno pri temperaturi 20 °C in piknometer z brušenim zamaškom.

Destilacija vzorca

1. Pri alkoholnih pijačah, ki vsebujejo manj kot 40 vol % alkohola, odmerimo natančno 100 ml vzorca pri temperaturi 20 °C v merilno bučko in ga kvantitativno prenesemo v destilirno bučo. Merilno bučko trikrat izperemo z 10 do 15 ml vode in vsebino prelijemo v destilirno bučo. Nato dodamo nekaj steklenih kroglic, ki preprečujejo nastajanje pene in povežemo destilirno napravo. V isto merilno bučko 100 ml, ki jo uporabljamo za lovljenje destilata, dodamo 5 ml vode in jo namestimo tako, da se konec hladilnika skoraj dotika vode. Ko predestiliramo približno 20 ml, postavimo bučko tako, da sega konec hladilnika nekoliko pod oznako, da bi alkohol (destilat) prosto kapljal v merilno bučko. Ko predestiliramo približno 80 do 85 ml destilata, destilacijo prekinemo.

Merilno bučko z alkoholom dopolnimo z vodo skoraj do oznake, dobro premešamo in postavimo na vodno kopel, temperirano natančno na 20 °C. Med 30-minutnim temperiranjem bučko dopolnimo do oznake, občasno premešamo in gostoto destilata določimo tako, kot je opisano v delu "Določanje gostote 20/20 °C s piknometrom". Količino alkohola v vol % odčitamo iz tabele 2.

2. Pri alkoholnih pijačah, ki vsebujejo več kot 40 vol % alkohola, natančno odmerimo v 50 ml merilno bučko ali piknometer vzorec alkoholne pijače pri temperaturi 20 °C in ga prenesemo v 250 ml destilirno bučo. Merilno bučko ali piknometer pri tem prenosu izpiramo z vodo, tako da je na koncu v destilirni buči približno 120 ml tekočine. Destilat lovimo v 100 ml merilno bučko ali piknometer. Po določitvi relativne gostote pri temperaturi 20 °C odčitamo delež alkohola iz tabele po Osbornu, dobljeno vrednost pa pomnožimo s faktorjem, ki ga dobimo iz razmerja med natančno določeno in odtehtano maso destilirane vode pri temperaturi 20 °C v enem in drugem piknometru. Ta faktor oziroma koeficient bo približno 2.

Opomba: Alkoholni destilat uporabljamo za določanje metilalkohola, aldehida, furfurola, višjih alkoholov in estrov, ostanek pa za določanje ekstrakta.

Določanje

a) Masa praznega piknometra

Piknometer napolnimo z vročo kromžveplovo kislino in ga pustimo čez noč. Po izpraznitvi ga izpiramo z destilirano vodo, nato pa 3 ure sušimo pri temperaturi od 105 do 108 °C. Piknometer 30 min hladimo v eksikatorju, potem pa ga stehtamo z natančnostjo do četrte decimalke. Maso praznega piknometra označimo z "A" in izrazimo v gramih.

b) Določanje vodne vrednosti piknometra

Piknometer napolnimo s sveže prekuhano destilirano vodo, ki mora segati čez oznako, ga zamašimo in prenesemo v vodno kopel s temperaturo 20 °C, kjer mora stati 30 min. S kapilaro naravnamo vodno vrednost do oznake.

Opomba: Med naravnavanjem mora biti piknometer v vodni kopeli. Prosti del piknometra očistimo s palčko iz filtrirnega papirja.

Piknometer pustimo pol ure v zaprtem prostoru analitske tehtnice, nato pa ga stehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo do četrte decimalke. Maso piknometra z vodo označimo z "B".

Opomba: Prazen piknometer in piknometer z vodo stehtamo trikrat, za obračun pa vzamemo srednjo vrednost.

Določanje alkohola

Piknometer tri- do štirikrat izplaknemo z raztopino pripravljenega vzorca, napolnimo čez oznako in prenesemo v vodno kopel s temperaturo 20 °C, kjer mora stati 30 min. S kapilaro izravnamo gladino raztopine do oznake, nato pa piknometer stehtamo in vrednost določimo z natančnostjo do četrte decimalke. Dobljeno vrednost označimo s "C".

Izračunavanje

a) Maso piknometra z vodo izračunamo po naslednji formuli:

$$g = B - A$$

kjer je:

B - masa piknometra z vodo;

A - masa praznega piknometra.

b) Gostoto alkohola (20/20 °C) izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{gostota} = \frac{C - A}{B - A}$$

kjer je:

C - masa piknometra z alkoholom;

B - masa piknometra z vodo.

Izražanje rezultatov

Pri alkoholnih pijačah, ki vsebujejo manj kot 45 vol % alkohola, izražamo vrednost v vol % z dvema decimalkama. Natančnost rezultatov znaša $\pm 0,05$ vol %.

*B) Določanje alkohola z alkoholmetrom***Princip in uporaba**

Princip temelji na določanju alkohola s preverjeno brezhibnim alkoholmetrom z razdelbo 0,1 vol % pri temperaturi 20 °C. Pri brezbarvnih pijačah, ki nimajo ekstrakta, določamo alkohol neposredno z alkoholmetrom.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) destilirno bučo, 500 ml;
- 2) merilno bučko, 250 ml;
- 3) destilirni nastavek s podaljšano cevjo;
- 4) alkoholmeter z razdelbo 0,1 vol %.

Določanje

Pri brezbarvnih pijačah, ki nimajo ekstrakta, določamo alkohol neposredno z alkoholmetrom. Pri pijačah, ki nimajo samo alkoholno-vodne mešanice, temveč tudi ekstrakt (vse nehlapne komponente), je potrebna destilacija in se jakost določi v čistem destilatu. Pri destilaciji moramo upoštevati, da utegne priti do izgube alkohola.

Vzamemo 250 ml vzorca, ki smo ga 30 min termostatirali pri temperaturi 20 °C, in ga kvantitativno prenesemo v destilirno bučo tako, da ga trikrat izperemo s po 15 ml destilirane vode.

Destilacija mora biti končana v 80 do 90 min, destilat pa se mora stekati skozi destilirni nastavek s podaljšano cevjo. Destiliramo toliko časa, da ostane 10 do 12 cm³ prostora do oznake merilne bučke. Destilacijo prekinemo, bučko dopolnimo z destilirano vodo do oznake in po 30-minutnem termostatiranju v vodni kopeli pri temperaturi 20 °C določimo odstotek alkohola z alkoholmetrom. Na alkoholmetru odčitamo odstotek alkohola, iz ustreznih tabel pa vrednost dejanskega odstotnega deleža alkohola.

2.2.2 Določanje deleža ekstrakta**Princip in uporaba**

Princip temelji na postopku neposrednega uparjanja alkoholne pijače na vodni kopeli in nadaljnjem sušenju v sušilniku pri temperaturi 105 °C do konstantne mase.

Ta princip uporabljamo za določanje ekstrakta v alkoholnih pijačah z manjšim deležem ekstrakta.

Pri alkoholnih pijačah z večjim deležem ekstrakta določamo ekstrakt iz gostote ostanka po destilaciji.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) platinsko ali porcelansko posodo z ravnim dnom;
- 2) pipeto, 25 ml;
- 3) vodno kopel;
- 4) laboratorijski sušilnik;
- 5) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 6) analitsko tehtnico;
- 7) termostat.

V platinsko ali porcelansko posodo, ki smo jo stehtali na analitski tehtnici, vlijemo 10 do 15 ml termostatisirane alkoholne pijače in jo postavimo na vodno kopel, da počasi izhlapeva. Ko popolnoma izhlapi, jo za 2 uri postavimo v sušilnik s temperaturo 105 °C. Po končanem sušenju prenesemo vzorec v eksikator, ga ohladimo in stehamo.

Izračunavanje

Količino ekstrakta izražamo v g/l pijače in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{ekstrakt, g/l} = (m_1 - m_2) \cdot \frac{1000}{\text{ml vzorca}}$$

kjer je:

m_1 - masa posode z ekstraktom v g;

m_2 - masa prazne posode v g.

Rezultate izrazimo z eno decimalko.

2.2.3 Določanje celotne kislosti s titracijo**Princip in uporaba**

Ta princip temelji na titraciji alkoholnih pijač z 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida ob fenolftaleinu kot indikatorju.

Princip uporabljamo za določanje celotnih kislin pri vseh vrstah alkoholnih pijač.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) pipete, 25, 50 ali 100 ml;
- 2) erlenmajerico, 250 ml;
- 3) bireto;
- 4) aparat s povratnim hladilnikom.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagentna:

- 1) natrijev hidroksid, raztopina c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 2) 1 % raztopino fenolftaleina v etanolu.

Določanje

Vzamemo 50 ali 100 ml vzorca in ga prenesemo v 250 ml erlenmajerico, dodamo 15 do 20 ml destilirane vode in 10 min kuhamo v aparatu s povratnim hladilnikom, da odstranimo ogljikovo kislino. Nato erlenmajerico z vzorcem zamašimo z ustreznim zamaškom in ohladimo pod vodnim curkom. Raztopini dodamo 2 kapljici raztopine fenolftaleina in titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane rožnate barve. Barva mora biti obstojna 15 s.

Opomba: Pri vzorcu z nizkimi količinami kislin moramo titracijo opraviti z 0,02 mol/l raztopino natrijevega hidroksida.

Izračunavanje

Celotno količino kislin, ki se titirajo, izražamo v miligramih očetne kisline na liter pijače in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{Celotna količina kislin, ki se titirajo} = 6 \cdot a \cdot f \cdot \frac{1000}{\text{ml vzorca}}$$

$$\text{ali če uporabljamo } 0,02 \text{ mol/l} = 1,2 \cdot a \cdot f \cdot \frac{1000}{\text{ml vzorca}}$$

kjer je:

a - porabljeno število ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida;

f - faktor 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, opravljenih vzporedno ali takoj eno za drugim, ne sme biti večja od ± 5 mg/l.

2.2.4 Določanje deleža estrov

Princip in uporaba

Princip temelji na nevtralizaciji kislin in umiljenju estrov v bazičnem okolju. Retitracija se opravi s klorovodikovo kislino ob fenolftaleinu kot indikatorju.

Metodo uporabljamo za določanje estrov pri vseh alkoholnih pijačah, katerih jakost je preračunana na 30 vol %.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) vodno kopel;
- 2) pipeto, 50 ml;
- 3) pipeto, 25 ml;
- 4) laboratorijsko čašo;
- 5) destilirni aparat s pripadajočimi deli.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) natrijev hidroksid, raztopina c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 2) 1 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu;
- 3) klorovodikovo kislino, raztopina c (HCl) = 0,1 mol.

Določanje

Alkoholne pijače, ki jih analiziramo, moramo najprej nevtralizirati ob navzočnosti fenolftaleina, 0,1 mol raztopine natrijevega hidroksida, nato destilirati, estre pa določiti iz dobljenega destilata.

V odvisnosti od količine estrov v pijači prilagodimo potrebno količino baze. Običajno je potrebna količina 0,1 mol/l raztopine baze (NaOH):

- 1) za rum, destilat približno 8 do 10 ml,
- 2) za destilate iz koščičastega sadja približno 15 ml,
- 3) za slivoviko, viljamovko približno 20 do 30 ml.

Količino pripravljene raztopine natrijevega hidroksida moramo odmeriti tako, da za titracijo porabimo najmanj 3 ml, največ pa 10 ml 0,1 mol/l raztopine kisline.

Odmerimo natančno 50 ml nevtraliziranega destilata ob uporabi fenolftaleina, nato pa dodamo v erlenmajerico pribitek količine 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida.

Dodamo steklene kroglice in pustimo raztopino, da na vodni kopeli zmerno vre 30 min; pri tem uporabljamo povratni hladilnik. Po hitrem hlajenju jo titriramo z 0,1 mol raztopino klorovodikove kisline.

Opomba: Če so količine estrov manjše, moramo uparabiti 0,02 mol/l kislino in bazo.

Izračunavanje

Količino estrov izražamo v mg/l absolutnega alkohola kot etilacetat.

Količino estrov izračunamo glede na natrijev hidroksid, porabljen za umiljenje oziroma nevtralizacijo.

a) Izračunavanje koeficienta

1 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida ustreza 8,8 mg etilacetata.

b) Izračunavanje količine estrov

$$\text{estri, mg/l a.a.} = \frac{8,8 \cdot 20 \cdot (a \cdot f_1 - b \cdot f_2)}{A} \cdot 100$$

kjer je:

a - porabljeno število ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida;

b - porabljeno število ml 0,1 mol/l raztopine klorovodikove kisline za retitracijo;

f₁ - faktor 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida;

f₂ - faktor 0,1 mol/l raztopine klorovodikove kisline;

A - količina alkohola v vzorcu v vol %.

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, opravljenih vzporedno ali takoj eno za drugim, ne sme biti večja od ± 3 % dejanske vrednosti.

Opomba: Obvezno moramo na enak način tretirati in kontrolirati vzorec, ki je sestavljen iz 50 ml 30 %-nega absolutnega etanola, pri obračunavanju količine estrov pa moramo opraviti ustrezno korekcijo, ki utegne biti tudi zelo pomembna, zlasti kadar 0,1 mol raztopina natrijevega hidroksida ni natančno pripravljena ali če ni dobro zavarovana pred vplivom ogljikove kisline.

2.2.5 Določanje deleža metilalkohola

Princip in uporaba

Princip temelji na oksidaciji metilalkohola v kislem okolju do formaldehida. Za določanje formaldehida uporabljamo kolorimetrijske metode, ker da formaldehid z ustreznimi reagenti obarvani kompleks, katerega intenzivnost je odvisna od količine metilalkohola.

Metodo določanja metilalkohola uporabljamo pri vseh alkoholnih pijačah.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) 50 ml epruvete z brušenim zamaškom;
- 2) vodno kopel z regulirano temperaturo $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 3) spektrofotometer;
- 4) analitsko tehtnico;
- 5) merilno bučko, 100 ml;
- 6) graduirane pipete;
- 7) destilirni aparat s povratnim hladilnikom in 100 ml destilirno bučo s pripadajočimi deli.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega sulfita (Na_2SO_3), nasičeno;
- 2) žveplovo kislino, koncentrirano ($\text{H}_2\text{SO}_4 = \rho_{20} = 1,84\text{ g/ml}$);
- 3) raztopino žveplove kisline 1 + 3 (en del žveplove kisline v treh delih vode);
- 4) 1 %-no raztopino kalijevega permanganata (KMnO_4);
- 5) 2 %-no raztopino kromotropne kisline v vodi ($2,7\text{ C}_{10}\text{H}_8\text{O}_8\text{S}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), relativna molekulska masa 356,34 g. Raztopino hranimo na hladnem;
- 6) 2,5 %-no raztopino prečiščenega etanola;
- 7) 100 %-ni etanol.

Opombe: a) čista kromotropna kislina, pripravljena za uporabo, mora dati neznatno obarvanje. Če kislina ni čista, jo prečistimo takole: 10 g kromotropne kisline raztopimo v 25 ml destilirane vode (če delamo z natrijevo soljo kromotropne kisline, dodamo 2 ml žveplove kisline), nato dodamo 50 ml metanola, sagrevamo, dokler ne zavre, filtriramo in dodamo 100 ml izopropil alkohola, da se obori kislina, ki kristalizira, nato pa sušimo na hladnem.

b) Poskus reakcije: ena kapljica FeCl_3 v 10 ml kromotropne kisline (0,1 g v 1000 ml H_2O) da zeleno obarvanje.

c) Test občutljivosti: 0,5 ml formaldehida razredčimo s 1000 ml vode - raztopina formaldehida.

V 5 ml raztopine 0,05 %-ne kromotropne kisline (0,05 %-na raztopina kromotropne kisline v 75 %-ni H_2SO_4) dodamo 0,1 ml raztopine formaldehida in 20 min segrevamo pri temperaturi $70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nastati mora vijoličasto obarvanje.

d) Metilalkohol prečistimo tako, da vre z baritom nekaj ur. Nato opravimo rektifikacijo in naslednjo frakcijo (srce) uporabljamo za pripravo standardne raztopine metilalkohola.

e) Če etilalkohol, ki ga uporabljamo za razredčenje, tudi s kromotropno kislino da obarvanje, pomeni, da vsebuje sledi metilalkohola. V tem primeru ga prečistimo z destilacijo etilalkohola z anhidriranim baritom ali živim apnom. Dobljeni destilat počasi rektificiramo; 3/5 prvega destilata zavremo in ulovimo 2/5 destilata, ki ga razredčimo za določanje metilalkohola.

Postopek določanja*Priprava kontrolnega vzorca*

V 50 ml epruveto z brušenim zamaškom odmerimo 2,5 ml 2,5 %-nega etanola.

Priprava vzorca pijače

Alkoholne pijače, pri katerih določamo metilalkohol, moramo predestilirati in pri tem paziti, da se izognemo izgubi alkohola. Določeno število vzorcev, pri katerih je določen odstotek alkohola, preračunamo na 2,5 vol % etilalkohola.

Priprava osnovne in standardne raztopine

Osnovno raztopino pripravimo tako, da v 100 ml merilno bučko dodamo 1 ml 100 %-nega metanola in do oznake dopolnimo z 2,5 %-no raztopino etanola ob dobrem mešanju in temperiranju na 20 °C.

Iz osnovne raztopine pripravimo standardne raztopine tako, da v 100 ml merilne bučke dodamo osnovno raztopino v naslednjih količinah: 0,25 ml; 1,0 ml; 1,75 ml; 2,5 ml; 3,5 ml in 4,0 ml ter dopolnimo z 2,5 %-nim etilalkoholom takole:

- | | |
|-----|--|
| I | 1 ‰ - 0,25 ml osnovne raztopine + 99,75 ml 2,5 %-nega etilalkohola |
| II | 4 ‰ - 1,0 ml " + 99,0 ml 2,5 %-nega etilalkohola |
| III | 7 ‰ - 1,75 ml " + 98,25 ml 2,5 %-nega etilalkohola |
| IV | 10 ‰ - 2,5 ml " + 97,5 ml 2,5 %-nega etilalkohola |
| V | 13 ‰ - 3,25 ml " + 96,75 ml 2,5 %-nega etilalkohola |
| VI | 16 ‰ - 4,0 ml " + 96,0 ml 2,5 %-nega etilalkohola |

Način določanja

Ob pripravljenih približno 50 ml epruvetah z brušenimi zamaški, označenih s K, I, II, III, IV, V in VI (za standardne raztopine), pripravimo tudi epruvete za vzorce pijač, označene z arabskimi številkami od 1 naprej, kar je odvisno od števila vzorcev.

V epruvete vlijemo raztopine takole:

- | | |
|------------|---|
| K - | 2,5 ml 2,5 %-nega etilalkohola (kontrola) |
| I - | 2,5 ml 1,5 ‰ - (promile) standardne raztopine metilalkohola v 2,5 %-nem etanolu |
| II - | 2,5 ml 4 ‰ - " |
| III - | 2,5 ml 7 ‰ - " |
| IV - | 2,5 ml 10 ‰ - " |
| V - | 2,5 ml 13 ‰ - " |
| VI - | 2,5 ml 16 ‰ - " |
| 1 - | 2,5 ml vzorca alkoholne pijače, preračunane na 2,5 vol % etanola z vodo |
| 2,3,4 itd. | " |

V vsako epruveto dodamo naslednje reagente:

1) 1 ml žveplove kisline (1 + 3),

2) 1 ml 1 %-ne vodne raztopine kalijevega permanganata premešamo in pustimo stati natančno 20 min, da metilalkohol oksidira do formaldehida, nato pa dodamo po 1 do 3 kapljice nasičene vodne raztopine natrijevega sulfit, dokler se raztopina ne razbarva oziroma dokler ne odstranimo pribitka kalijevega permanganata. Vsebinsko epruvet premešamo in dodamo: 0,5 ml 2 %-ne kromotropne kisline (natrijeve soli), ponovno premešamo in na koncu dodamo 5 ml koncentrirane žveplove kisline, nato pa nekajkrat krožno premešamo (brez obračanja), pri čemer pazimo, da vsebinsko v vsaki epruveti mešamo na enak način.

Nato postavimo epruveto v že pripravljeno vrelo vodno kopel, vključimo štoparico in nadaljujemo z dodajanjem kromotropne in žveplove kisline v vsako naslednjo epruveto. Pri tem moramo paziti, da vsaka epruveta z vsebinsko ostane v vreli vodni kopeli natančno 20 min. Po 20 min vzamemo epruvete iz vodne kopeli, odstranimo brušene zamaške in jih postavimo v posodo s hladno vodo. Po ohlavitvi do sobne temperature odčitamo optično gostoto (A %) obarvanega kompleksa na 570 nm v stekleni kiveti s premerom 10 mm.

Priprava diagrama

Na abscisi so označene koncentracije raztopine, na ordinati pa vrednosti ekstinkcije. Konstruiramo standardni diagram, iz katerega odčitamo delež metilalkohola, ki ga izrazimo v vol % absolutnega alkohola.

Odčitavanje

I Kontrolni vzorec $E = 0,00$

II Standardne raztopine

1. $E = 0,16 - 1 \text{ ‰}$.
2. $E = 0,58 - 4 \text{ ‰}$.
3. $E = 1,00 - 7 \text{ ‰}$.
4. $E = 1,44 - 10 \text{ ‰}$.
5. $E = 1,83 - 13 \text{ ‰}$.
6. $E = 2 - 16 \text{ ‰}$.

2.2.6 Določanje deleža višjih alkoholov**Princip in uporaba**

Princip temelji na odstranjevanju aldehydov in kislin iz alkoholnih pijač (z destilacijo) in na določanju višjih alkoholov s kolorimetrijsko metodo ob paradimetilaminobenzaldehidu kot reagentu.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) destilirano bučo s pripadajočimi deli;
- 2) merilno pipeto 1 ml in graduirano pipeto 5 ml;
- 3) merilno pipeto 20 ml;
- 4) vodno kopel;
- 5) epruvete iz ognjevdržnega stekla z brušenim zamaškom;
- 6) spektrofotometer;
- 7) merilne bučke 50 ml in 100 ml;
- 8) analitsko tehtnico.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) koncentrirano žveplovo kislino, H_2SO_4 ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$);
- 2) izoamilalkohol, p. a.;
- 3) izobutilalkohol, p. a.;
- 4) 100 %-ni etilalkohol;
- 5) paradimetilaminobenzaldehid, p. a..

Določanje

Vzorec alkoholne pijače moramo najprej obvezno destilirati in iz dobljenega destilata vzeti poskusek za analizo.

Priprava matične raztopine in standardov

Zmešamo 4 ml izoamilalkohola in 1 ml izobutilalkohola, odtehtamo na analitski tehtnici natančno 1 g te mešanice in jo kvantitativno prenesemo v 100 ml merilno bučko. Bučko do oznake dopolnimo s 5 %-no raztopino etanola v vodi. Raztopino segrejemo na temperaturo 20 °C in nato vzdržujemo to temperaturo. Standardi se uporabljajo enako kot pri določanju metanola, razlika je le v tem, da tukaj matično raztopino dopolnimo do oznake s 5 %-nim etanolom.

Za pripravo standardov 50, 100, 150, 200, 250 µg na en mililiter vzamemo od 1 %-ne matične raztopine za višje alkohole:

0,5 ml in dopolnimo do 100 ml s 5 %-nim etanolom	50 µg/l ml;
1,0 ml	100 µg/l ml;
1,5 ml	150 µg/l ml;
2,0 ml	200 µg/l ml;
2,5 ml	250 µg/l ml.

Priprava vzorca in standardov za analizo

Pripravimo toliko steklenih epruvet, kolikor je standardnih raztopin in vzorcev pijač za analizo. V vsako epruveto z brušenim zamaškom vlijemo po vrsti po 5 ml standardne raztopine in vzorca, preračunanega na 5 %-ni etanol. Nato dodamo po 1 ml 0,5 %-nega natrijevega hidroksilaminhidroklorida (3,5g/100ml vode). Epruvete dobro zamašimo, stresemo ter pustimo stati 15 min.

Določanje

S pipeto vzamemo 1 ml destilata in ga prenesemo v epruveto. Dodamo 20 ml koncentrirane žveplove kisline, v kateri smo raztopili 500 mg/l paradimetilaminobenzaldehida. Ta reaktiv moramo pripraviti za vsako serijo določanja. Epruvete, potopljene v ledeno vodo, stresamo ves čas, dokler dodajamo reagent. Nato epruvete 20 min segrevamo v vreli vodni kopeli. Po nekajminutnem segrevanju epruvete stresamo, da se obarvani produkti ne bi koncentrirali samo na površini. Po 20 min epruvete z vzorci hitro ohladimo v ledeni vodi, dokler ne dosežejo sobne temperature, nato pa intenzivnost obarvanja izmerimo s spektrofotometrom na valovni dolžini 530 nm ali 536 nm.

Delež višjih alkoholov izražamo v mg/l absolutnega alkohola in ga dobimo takole:

$$\text{delež višjih alkoholov, mg/l a. a.} = \frac{A \cdot 20 \cdot 1000}{1000}$$

kjer je:

A - količina višjih alkoholov, odčitana na krivulji;

20 - razredčenje (100 : 5).

2.2.7 Določanje deleža aldehydov - Volumetrijska metoda

Princip in uporaba

Princip določanja celotnih aldehydov temelji na hidrolizi acetila v razredčeni slabo kisli raztopini, popolni vezavi aldehydov v nevtralnem okolju na žveplasto kislino v pribitku, nato pa na oksidiranju odvečne - nevezane žveplaste kisline z raztopino joda v kislem okolju. Na koncu se s titracijo določi sproščena žveplasta kislina (pri pH 9), ki je bila vezana na aldehyde.

Aparatura in pribor

Za uporabo te metode uporabljamo običajno laboratorijsko opremo.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

1) Raztopina A:

- kalijev disulfit (kalijev metabisulfit), 15 g
- čista klorovodikova kislina ($\rho = 1,18$), 70 cm³
- voda do 1000 cm³.

Za oksidacijo 10 cm^3 te raztopine moramo uporabljati manj kot 24 cm^3 raztopine joda s koncentracijo $c\left(\frac{1}{2} \text{J}_2\right) = 0,1 \text{ mol/l}$.

2) Raztopina B:

- komplekson III 5 g/l

3) Raztopina C:

- monokalijev fosfat 71,7 g
 - natrijev hidroksid 42 g
 - voda do 1000 cm^3

Naravnomo pH vrednost enakih prostornin raztopine A in raztopine C, da znaša 6,8: brometil modro mora preiti v zeleno ali zelenomodro barvo ob dodatku majhne količine kisline ali natrijevega hidroksida, ki ju dodamo raztopini A.

4) Raztopina D:

- klorovodikova kislina ($p = 1,8$) 250 cm^3
 - voda do 1000 cm^3

5) Raztopina E

- borova kislina 100 g
 - natrijev hidroksid 170 g
 - voda do 1000 cm^3

Nevtralni raztopini enakih delov raztopin A in C, ki sta zmešani, dodamo enako prostornino raztopin D in E. pH vrednost mora biti med 8,9 in 9 (ko dodamo fenolftalein, je raztopina svetlorožnate barve). Če je prehod barve fenolftaleina preveč oster, dodamo raztopini D majhno količino klorovodikove kisline, če pa je neznatno obarvan, dodamo raztopini E majhno količino natrijevega hidroksida.

Raztopina škroba: 5 g škroba/l stabiliziramo z majhno količino živosrebrovega jodida. Raztopino lahko hranimo šest mesecev. Prav tako lahko uporabljamo natrijev klorid (200 g/l), da stabiliziramo raztopino škroba.

- standardna raztopina joda $c\left(\frac{1}{2} \text{J}_2\right) = 0,1 \text{ mol/l}$. *

Določanje

A) Celotni aldehidi

V merilno steklenico 50 cm^3 z brušenim zamaškom vlijemo 300 cm^3 vrele vode, 10 cm^3 raztopine A, 10 cm^3 raztopine B in 50 cm^3 50 %-nega destilata, premešamo in pustimo stati 15 min. Dodamo 10 cm^3 raztopine C, premešamo in pustimo stati nadaljnjih 15 min. Potem dodamo 10 cm^3 raztopine D in 3 do 4 cm^3 raztopine škroba ter iz birete previdno dodamo $0,1 \text{ mol}$ raztopino joda do nastanka modrovijoličaste barve. Po nastanku te barve dodamo 10 cm^3 raztopine E, pri čemer modrovijoličasta barva izgine. Sproščeno žveplasto kislino, ki je bila vezana na aldehide, titriramo z $0,1 \text{ mol}$ raztopino joda do nastanka modrovijoličaste barve. Porabo joda označimo z N.

$1 \text{ mol } 0,1 \text{ M} = 2,2 \text{ mg}$ acetaldehida. Delež acetaldehida v enem litru destilata $= 2,2 \cdot 40 \cdot N$.

* Prej $0,1 \text{ N}$

B) Prosti aldehidi

Ker se acetili med destilacijo pri pH pod 9 le delno razgradijo, je potrebna posebna destilacija iz alkalnega okolja. To velja samo za določanje prostih aldehydov. Določanje poteka po naslednjem postopku: v bučo 200 cm³ vlijemo 50 cm³ vzorca alkoholne pijače in 5 cm³ 0,1 mol raztopine natrijevega hidroksida in destiliramo tako, da ulovimo 40 do 50 cm³ destilata v 250 cm³ bučo, v kateri je že 100 cm³ prekuhane destilirane vode, 10 cm³ raztopine A, 10 cm³ raztopine B in 10 cm³ raztopine C. Vse premešamo in pustimo stati 15 min, nato pa aldehide določimo na enak način, kot je opisano pri celotnih aldehydih.

Količino prostih aldehydov, izraženo v mg etanala (acetaldehida) na liter alkoholne pijače, izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{etanal} = 44 \cdot n$$

Če želimo, da je delež etanala izražen na liter absolutnega alkohola, uporabimo naslednjo formulo:

$$\text{etanal} = 44 \cdot n \cdot \frac{100}{A}$$

kjer je:

A = vol % alkohola v vzetem poskusu (vzorcu);

n = število ml porabljene raztopine joda.

2.2.8 Določanje deleža furfurola**Princip in uporaba**

Ta princip temelji na merjenju intenzivnosti obarvanega kompleksa pri 518 nm, ki ga ustvarja furfural z anilinom ob navzočnosti očetne kisline.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) 1 ml graduirano pipeto;
- 2) epruvete;
- 3) spektrofotometer.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- dinatrijev hidrogen fosfat – Na₂HPO₄ · 2H₂O;
- 40 %-ni etilalkohol;
- očetno kislino (CH₃COOH);
- anilin, sveže predestiliran;
- natrijev klorid – NaCl;
- oksalno kislino – C₂H₂O₂ · 2H₂O;
- mešani reaktiv (sestavljen iz raztopine A in raztopine B).

Raztopino A in raztopino B pripravimo posebej in ju zmešamo ter filtriramo skozi grobi filtrirni papir. Tako pripravljena raztopina je zelo obstojna.

Priprava raztopine A: v čisto posodo odmerimo 50 ml sveže destiliranega anilina in dodamo 500 ml koncentrirane očetne ledene kisline.

Priprava raztopine B: v čisto posodo odmerimo 100 ml 5 %-ne vodne raztopine natrijevega hidrogenfosfata, nato 50 ml vodne raztopine 5 %-ne oksalne kisline in na koncu 300 ml 7,5 %-ne vodne raztopine natrijevega klorida.

Mešani reagent hranimo v mračnem prostoru v temni steklenici.

Določanje**Priprava standardnih raztopin furfurola**

1 g sveže destiliranega furfurola raztopimo v 1000 ml destilirane vode. Od pripravljene raztopine vzamemo 10 ml ter do 100 ml ponovno dopolnimo z destilirano vodo. Od tako razredčene raztopine vzamemo po vrsti po 0'5, 1'0, 3'0, 5'0, 7'0 in 9'0 ml ter dopolnimo z vodo v 100 ml merilnih bučkah. Te raztopine ustrezajo količini 0'5, 1, 3, 5, 7 in 9 mg/l furfurola. Kot slepi poskus urabimo destilirano vodo.

Način določanja

Za analizo vzamemo 1,0 ml slepega poskusa standardne raztopine ali vzorca, ki smo ga prej predestilirali, ter temu dodamo po 10,0 ml mešanega reagenta. Epruveto zamašimo in dobro stresemo ter pustimo stati 45 do 60 min. Delež furfurola nato odčitamo na spektrofotometru pri valovni dolžini 518 nm.

Izračunavanje

Iz umeritvene krivulje odčitamo delež furfurola v mg/l vzorca pijače.

Delež furfurola izražamo v mg/l a.a. in ga dobimo po naslednji formuli:

$$\text{delež furfurola v mg/l a.a.} = E \cdot 16,67 \cdot \frac{100}{A}$$

kjer je:

E = optična gostota obarvane raztopine ali (A %) pri 518 nm;

A = vol % alkohola v analiziranem vzorcu;

16,67 = faktor, določen na podlagi merjenja večjega števila standardnih raztopin znane koncentracije, dobimo pa ga z umeritveno krivuljo iz razmerja med vrednostima z abscise in ordinate. Faktor je odvisen od tipa spektrofotometra.

2.2.9 Določanje deleža sladkorja - Gravimetrična metoda**Princip in uporaba**

Princip temelji na lastnosti, da neposredno reducirajoči sladkorji pod določenimi pogoji reducirajo Fehlingovo raztopino, nastali bakrov oksid pa se določi gravimetrijsko.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) čašo, 250 ml;
- 2) erlenmajerico, 300 ml;
- 3) merilne bučke, 100, 200 in 1000 ml;
- 4) pipete, 5, 10 in 25 ml;
- 5) graduirane pipete, 2 ml;
- 6) porcelanski lonček za filtriranje ali stekleni filtrirni lonček;
- 7) analitsko tehtnico;
- 8) vodno kopel.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- natrijev hidroksid, raztopina c (NaOH) = 1 mol/l;
- Carrez I: 15 g $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ raztopimo v 100 ml destilirane vode;
- Carrez II: odtehtamo 30 g ZnSO_4 in jih raztopimo v 100 ml destilirane vode;
- Fehling I: odtehtamo 70,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (čist, prekristaliziran) in jih raztopimo v vodi, dopolnimo do 1000 ml, nato pa prefiltriramo skozi azbestni filter;
- Fehling II: odtehtamo 346 g kalij natrijevega tartrata, ki kristalizira s 4 molekulami vode in 103,2 g natrijevega hidroksida, raztopimo v vodi in dopolnimo do 1000 ml. Po dveh dneh raztopino prefiltriramo skozi azbestni filter;
- klorovodikovo kislino, koncentrirano, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

Določanje

S pipeto vzamemo natančno 25 ml analiziranega vzorca in ga kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko, dopolnimo do oznake in dobro stresemo. Nato s pipeto odmerimo 10 ml raztopine v 100 ml merilno bučko, dodamo $0,5 \text{ cm}^3$ koncentrirane klorovodikove kisline za inverzijo in 5 ml vode. Inverzija poteka pol ure na vodni kopeli pri temperaturi od 68 do 70 °C. Nato vzorec ohladimo in nevtraliziramo z 1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida po kapljicah do slabo alkalne reakcije z lakmusovim papirjem. Po nevtralizaciji dodamo zaradi razhladitve 1 ml raztopine Carrez I in 1 ml raztopine Carrez II, do oznake dopolnimo z vodo in pretresemo. Obarvanje traja 1 uro. Vsebino nato prefiltriramo, nadaljnji postopek pa je naslednji: v 300 ml erlenmajerico vlijemo 25 ml filtrata, 25 ml destilirane vode, 25 ml Fehling I in 25 ml Fehling II ter to zavremo. Po natančno dveminutnem vrenju vzamemo erlenmajerico z ognja, vlijemo vanjo 100 ml hladne destilirane vode in filtriramo skozi lonček G4. Lonček moramo prej oprati, osušiti in stehtati. Usedlino v lončku nato izperemo s toplo vodo, alkoholom in etrom. Sušimo 10 min v termostatu pri temperaturi 105 °C, postavimo v eksikator, da se ohladi in po 30 min stehtamo.

Izračunavanje

Delež sladkorja v pijači izražamo v g/l in izračunamo po naslednji formuli:

celotni Cu_2O = lonček z usedlino - prazen lonček

Iz ustrezne tabele odčitamo iz stolpca Cu_2O celotni invert v mg v usedli količini, t.j. v 0,25 g oziroma 0,50 g vzorca.

Celotni invert g/l = odčitani mg · 4000, če smo vzeli 0,25 ml poskuska, oziroma celotni invert g/l = odčitani mg · 2000, če smo vzeli 0,50 ml vzorca.

2.2.10 Analiza frakcije destilacije po Micku**Princip in uporaba**

Princip temelji na frakcijski destilaciji pijač in določanju arome v dobljenih frakcijah.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- brušeno aparaturo, sestavljeno iz destilirne buče in dvojnega cevne nastavka z poševnim hladilnikom;
- merilne bučke, 25 ml;
- čaše.

Določanje

Količino $\frac{9600 \text{ ml}}{a}$ pijače, ki jo analiziramo (a = delež alkohola v vol %), zmerimo in z uporabo brušenih nastavkov destiliramo, dokler ne dobimo 240 ml destilata. S to destilacijo dobimo šest frakcij, vsaka po 25 ml, ki jih analiziramo na vonj in okus. Hitrost destilacije moramo naravnati tako, da vsakih 15 min dobimo 25 ml destilata, ki ga lovimo v oštevilčene 25 ml merilne bučke.

Pri prvi frakciji destilata nastanejo poleg aldehydov tudi lahko hlapne aromatične snovi, pretežno etilacetat. Tipične vinske aromatične snovi so v glavnem v drugi, tretji in četrti, včasih pa tudi v peti frakciji. Šesta frakcija, ki jo lahko poskusimo, ne da bi jo razredčili, je praviloma vodenega, včasih pa kiselkastega okusa, če vsebuje destilat večje količine kisline. Neprijeten okus po nečistem vrenju, plesnobi, zažganosti ali tuji aromi srečamo običajno do četrte frakcije destilata.

Po 20 ml frakcij od 1 do 6 (5 ml uporabimo za analizo izdatnosti) vlijemo v čaše za poskus ter prve tri frakcije razredčimo z dvojno prostornino vode, frakcije 4, 5 in 6 pa z enako prostornino čiste vode, temperirane na 20 °C. Po 2 urah vsebino v čašah dobro premešamo in analiziramo na vonj in okus.

Tipične vinske arome ocenjujemo glede na jakost in čistočo.

Analiza frakcije po Micku ne more biti edina podlaga za oceno pijače.

2.2.11 Analiza izdatnosti po Wünstenfeldu**Določanje**

Od frakcij 2 do 5 vzamemo po 5 ml in jih vlijemo v 100 ml merilno bučko ter dopolnimo z vodo, ki nima tujega vonja in okusa. Premešamo in nato odmerimo s pipeto v osem čašic za poskus po vrsti po 0'1, 0'2, 0'3, 0'5, 0'6, 0'7, 1'0 in 1'5 ml mešanice ter do 100 ml dopolnimo z vodo. Uporabljenim količinam destilata ustrezajo približno naslednje razredčitve:

0,1 ml približno 1 + 2000

0,2 ml približno 1 + 1000

0,3 ml približno 1 + 700

0,4 ml približno 1 + 500

0,5 ml približno 1 + 400

0,7 ml približno 1 + 300

1,0 ml približno 1 + 200

1,5 ml približno 1 + 140.

Po mešanju pustimo vzorce stati dve uri. Ocenjevati začnemo od največje razredčitve, da bi ugotovili, v kateri čaši so bile najprej jasno izražene značilne buketne snovi. Meja njihovega pojava kaže izdatnost izdelka.

Če ima kakšna razredčitev voden okus, naslednja pa neznatno, vendar že jasno aromo, lahko štejemo, da je ta aroma nastala med dvema razredčitvama. Tedaj tudi izdatnost ocenimo kot srednjo vrednost.

Pomembno je, da analizo izdatnosti lahko opravimo šele eno uro po analizi destilata na okus in vonj. Pri tem moramo upoštevati samo značilne buketne snovi, ne pa drugih snovi, ki dajejo tuj okus. Izdatnost, ki je manjša od 1 : 200, štejemo za nezadostno.

2.2.12 Določanje deleža benzaldehida

Aparatura in pribor

Za določanje deleža benzaldehida uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) spektrofotometer - UV območje spektra;
- 2) kremenove kivete s premerom 10 mm;
- 3) graduirani pipeti, 1 ml in 5 ml;
- 4) merilne bučke, 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- benzaldehyd, p.a. (dvakrat destiliran);
- absolutni alkohol (etanol) in 10 %-no vodno raztopino etanola.

Vzorec alkoholne pijače razredčimo z destilirano vodo na 10 vol % alkohola (če je brezbarven in brez ekstraktivnih snovi, ga lahko razredčimo neposredno, če pa je obarvan in ima ekstraktivne snovi, ga moramo destilirati, s tem da od 100 ml vzorca ulovimo 100 ml ustreznega destilata).

Benzaldehyd v vzorcu, razredčenem na 10 % alkohola, odčitamo pri 249 nm.

Priprava diagrama

Matična raztopina benzaldehida: odtehtamo natančno 1 g benzaldehida in ga v 100 ml merilni bučki dopolnimo do oznake z 10 %-no vodno raztopino etanola (1 ml = 10 mg). Nato vzamemo 1 ml matične raztopine in jo do 100 ml razredčimo z 10 %-no vodno raztopino etanola (1 ml = 0,1 mg oziroma 100 mikrogramov).

Delovni standard raztopine benzaldehida:

V šest 100 ml merilnih bučk odmerimo s pipeto po 1, 2, 4, 6, 8 in 10 ml razredčene matične raztopine (s koncentracijo 1 ml = 0,1 mg ali 100 µg) ter do 100 ml dolijemo 10 %-no vodno raztopino etanola. Koncentracija benzaldehida v delovnih standardih znaša: 1, 2, 4, 6, 8 in 10 µg/ 1 ml raztopine, kar ustreza 1-10 mg/l 10 %-ne raztopine etanola.

Ko odčitamo navedene koncentracije glede na čisto 10 %-no vodno raztopino etanola pri valovni dolžini 249 nm, narišemo umeritveni diagram tako, da na absciso naneseemo koncentracije benzaldehida, na ordinato pa ustrezne ekstinkcije (optične gostote).

Izračunavanje

$$\text{Delež benzaldehida v mg/ a.a.} = D \cdot 10$$

kjer je:

D = delež benzaldehida, odčitani z diagrama;

10 = preračunavanje na 100 %-ni etanol.

2.2.13 Določanje celotne cianovodikove kisline (HCN)

Princip

Princip te metode temelji na oblikovanju glutarnega aldehida z vzajemnim delovanjem klorciana in piridina, pri čemer se glutarni aldehyd kondenzira z dimedonom. Molarni ekstinkcijski koeficient nastalega obarvanega kompleksa znaša 70 000.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) merilni bučki, 50 ml in 100 ml;
- 2) graduirani mikropipeti, 1 ml in 2 ml;
- 3) graduirani pipeti, 5 ml in 10 ml;
- 4) spektrofotometer - vidno območje;
- 5) steklene kivete s premerom 10 mm.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- dimedon (5,5-dimetil 1,3-diketocikloheksan) 3 %-na raztopina v 30 %-nem piridinu;
- kloramin T – 1 %- na vodna raztopina;
- fosfatni pufer s pH 7,6: pripravimo ga tako, da v destilirani vodi raztopimo 1,050 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 0,1043 g KH_2PO_4 v 100 ml merilni bučki, premešamo in uporabljamo pri delu;
- standardno raztopino cianida - matično raztopino: na analitski tehtnici odtehtamo natančno 0,2503 g KCN in raztopimo v 100 ml destilirane vode. Koncentracija te raztopine: 1 ml = 1 mg.

Od matične raztopine odmerimo s pipeto (ob uporabi propipete - obvezno zaradi zelo močne toksičnosti KCN) 1 ml raztopine in jo vlijemo v 100 ml merilno bučko ter dopolnimo z destilirano vodo. Koncentracija delovne raztopine 1 ml = 10 mikrogramov.

Postopek

V 50 ml merilno bučko odmerimo s pipeto tolikšno prostornino brezbarvnega ali predestiliranega žganja (predvsem žganja iz koščičastega sadja), da vsebuje od 1 do 20 µg HCN, dodamo destilirano vodo do 36 ml, nato pa po vrsti naslednje reaktivne: 1 ml 1 %-ne raztopine kloramina T, premešamo in pustimo, da reagira 1 min, nato dodamo 10 ml fosfatnega pufera s pH 7,6 in na koncu 3 ml reaktiva dimedon-piridina, premešamo in pustimo stati najmanj 40 min. Močno vijoličasto barvo odčitamo med 40. in 55. minuto po dodatku vzorca pri valovni dolžini 580 - 585 nm v stekleni kiveti s premerom 10 mm. Delež HCN izračunamo s pomočjo umeritvenega diagrama.

Priprava diagrama

V pet 50 ml merilnih bučk dodamo po vrsti od delovnega standarda: 0'1, 0'5, 1'0, 1'5 in 2'0 ml (kar ustreza 1, 5, 10, 15 in 20 µg HCN). Nato dodamo destilirano vodo do 36 ml in vzorce v enaki količini in po enakem vrstnem redu kot po vzorcu žganja. Po 40 min odčitamo ekstinkcije obarvanih standardnih raztopin in narišemo diagram, ki ga bomo uporabljali za obračunavanje celotne HCN v vzorcih žganja in drugih alkoholnih pijač. Na abscisi označimo koncentracije HCN v µg, na ordinati pa ustrezne odčitane ekstinkcije (optične gostote obarvane raztopine).

Izračunavanje

$$\text{HCN v mg/l} = \frac{D \cdot 100}{1000} \text{ oziroma } \frac{D}{10}$$

Če vzamemo 10 ml vzorca alkoholne pijače. V redkih primerih, ko vsebuje žganje več kot 2 mg/l HCN, vzamemo za analizo samo 1,0 ml ali še manj, kar pri računanju upoštevamo.

- kjer je: D - vrednost HCN, odčitana z diagrama in izražena v mikrogramih;
1000 - preračunavanje na 1000 ml vzorca (kadar vzamemo 10 ml vzorca) - delimo s 1000, da bi dobili iz mikrogramov miligrame na liter vzorca.

Tabela 2. Tabela po Osbornu.

$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m	
0.9999	0.07	0.07	0.05	0.99810	0.9949	3.50	3.52	2.78	0.99311
98	0.13	0.13	0.11	0.99800	48	3.57	3.59	2.84	0.99301
97	0.20	0.20	0.16	0.99790	47	3.64	3.66	2.90	0.99291
96	0.27	0.27	0.21	0.99780	46	3.71	3.73	2.95	0.99281
95	0.34	0.34	0.27	0.99770	45	3.79	3.81	3.01	0.99271
94	0.40	0.40	0.32	0.99760	44	3.86	3.88	3.07	0.99261
93	0.47	0.47	0.37	0.99750	43	3.93	3.95	3.12	0.99251
92	0.54	0.54	0.43	0.99740	42	4.00	4.02	3.18	0.99241
91	0.61	0.60	0.48	0.99730	41	4.07	4.09	3.24	0.99231
90	0.67	0.67	0.53	0.99720	40	4.15	4.16	3.30	0.99221
89	0.74	0.74	0.59	0.99710	39	4.22	4.24	3.36	0.99211
88	0.81	0.81	0.64	0.99700	38	4.29	4.31	3.41	0.99201
87	0.88	0.87	0.69	0.99690	37	4.36	4.39	3.47	0.99191
86	0.94	0.94	0.75	0.99680	36	4.44	4.46	3.53	0.99181
85	1.01	1.00	0.80	0.99670	35	4.51	4.54	3.59	0.99171
84	1.08	1.08	0.86	0.99660	34	4.58	4.61	3.65	0.99161
83	1.15	1.15	0.91	0.99650	33	4.66	4.69	3.71	0.99151
82	1.22	1.21	0.96	0.99640	32	4.73	4.76	3.76	0.99141
81	1.28	1.28	1.02	0.99630	31	4.80	4.84	3.82	0.99131
80	1.35	1.35	1.07	0.99620	30	4.87	4.91	3.88	0.99121
79	1.42	1.42	1.12	0.99610	29	4.95	4.99	3.94	0.99111
78	1.49	1.49	1.18	0.99600	28	5.02	5.06	4.00	0.99101
77	1.56	1.56	1.23	0.99590	27	5.10	5.14	4.06	0.99091
76	1.62	1.63	1.29	0.99580	26	5.17	5.21	4.12	0.99081
75	1.69	1.70	1.34	0.99570	25	5.25	5.29	4.18	0.99071
74	1.76	1.76	1.39	0.99560	24	5.32	5.36	4.24	0.99061
73	1.83	1.83	1.45	0.99550	23	5.40	5.44	4.30	0.99051
72	1.89	1.90	1.50	0.99541	22	5.47	5.51	4.36	0.99041
71	1.96	1.97	1.56	0.99531	21	5.55	5.59	4.42	0.99031
70	2.03	2.04	1.61	0.99521	20	5.62	5.66	4.48	0.99021

$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m	
69	2.10	2.11	1.67	0.99511	19	5.70	5.74	4.54	0.99011
68	2.17	2.18	1.72	0.99501	18	5.77	5.81	4.60	0.99001
67	2.24	2.25	1.78	0.99491	17	5.85	5.89	4.66	0.98991
66	2.31	2.32	1.83	0.99481	16	5.92	5.96	4.72	0.98982
65	2.38	2.39	1.89	0.99471	15	6.00	6.04	4.78	0.98972
64	2.45	2.46	1.94	0.99461	14	6.07	6.12	4.84	0.98962
63	2.52	2.53	2.00	0.99451	13	6.15	6.19	4.91	0.98952
62	2.59	2.60	2.05	0.99441	12	6.23	6.27	4.97	0.98942
61	2.65	2.67	2.11	0.99431	11	6.31	6.34	5.03	0.98932
60	2.72	2.74	2.16	0.99421	10	6.38	6.42	5.09	0.98922
59	2.79	2.81	2.22	0.99411	09	6.46	6.50	5.16	0.98912
58	2.86	2.88	2.27	0.99401	08	6.54	6.58	5.22	0.98902
57	2.93	2.95	2.33	0.99391	07	6.61	6.65	5.28	0.98892
56	3.00	3.02	2.38	0.99381	06	6.69	6.73	5.34	0.98882
55	3.07	3.10	2.44	0.99371	05	6.77	6.81	5.40	0.98872
54	3.14	3.17	2.50	0.99361	04	6.85	6.89	5.47	0.98862
53	3.22	3.24	2.55	0.99351	03	6.92	6.97	5.53	0.98852
52	3.29	3.31	2.61	0.99341	02	7.00	7.04	5.59	0.98842
51	3.36	3.38	2.67	0.99331	01	7.08	7.12	5.66	0.98832
50	3.43	3.45	2.73	0.99321	00	7.16	7.20	5.72	0.98822

D, 20° relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, 20° relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu u m/m			po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m	
0.9899	7.24	7.28	5.78	0.98812	0.9849	11.34	11.39	9.11	0.98313
98	7.32	7.36	5.85	0.98802	48	11.43	11.47	9.17	0.98303
97	7.40	7.44	5.91	0.98792	47	11.51	11.56	9.24	0.98293
96	7.48	7.52	5.98	0.98782	46	11.60	11.64	9.31	0.98283
95	7.56	7.60	6.04	0.98772	45	11.68	11.73	9.38	0.98273
94	7.64	7.67	6.11	0.98762	44	11.76	11.82	9.45	0.98263
93	7.72	7.75	6.17	0.98752	43	11.85	11.90	9.52	0.98253
92	7.80	7.83	6.24	0.98742	42	11.93	11.99	9.59	0.98243
91	7.88	7.91	6.30	0.98732	41	12.02	12.07	9.66	0.98233
90	7.96	7.99	6.36	0.98722	40	12.10	12.16	9.73	0.98223
89	8.04	8.07	6.43	0.98712	39	12.19	12.25	9.80	0.98213
88	8.12	8.15	6.50	0.98702	38	12.28	12.34	9.87	0.98203
87	8.20	8.23	6.56	0.98692	37	12.36	12.43	9.94	0.98193
86	8.28	8.31	6.63	0.98682	36	12.45	12.52	10.01	0.98183
85	8.37	8.39	6.69	0.98672	35	12.53	12.61	10.08	0.98173
84	8.45	8.47	6.76	0.98662	34	12.62	12.69	10.15	0.98163
83	8.53	8.55	6.82	0.98652	33	12.71	12.78	10.22	0.98153
82	8.61	8.63	6.89	0.98642	32	12.79	12.87	10.29	0.98143
81	8.69	8.71	6.95	0.98632	31	12.88	12.96	10.36	0.98133
80	8.77	8.79	7.02	0.98622	30	12.96	13.05	10.43	0.98123
79	8.85	8.87	7.09	0.98612	29	13.05	13.14	10.50	0.98113
78	8.93	8.96	7.15	0.98602	28	13.14	13.22	10.57	0.98103
77	9.01	9.04	7.22	0.98592	27	13.23	13.31	10.64	0.98093
76	9.10	9.12	7.28	0.98582	26	13.32	13.40	10.72	0.98083
75	9.18	9.21	7.35	0.98572	25	13.41	13.49	10.79	0.98073
74	9.26	9.29	7.42	0.98562	24	13.49	13.57	10.86	0.98063
73	9.34	9.37	7.48	0.98552	23	13.58	13.66	10.93	0.98053
72	9.43	9.45	7.55	0.98542	22	13.67	13.75	11.01	0.98043
71	9.51	9.54	7.62	0.98532	21	13.76	13.83	11.08	0.98033
70	9.59	9.62	7.68	0.98522	20	13.85	13.92	11.15	0.98023

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu u m/m			po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m	
69	9.67	9.70	7.75	0.98512	19	13.94	14.01	11.22	0.98013
68	9.76	9.78	7.82	0.98502	18	14.02	14.10	11.30	0.98003
67	9.84	9.87	7.89	0.98492	17	14.11	14.19	11.37	0.97993
66	9.92	9.95	7.95	0.98482	16	14.20	14.28	11.44	0.97983
65	10.00	10.03	8.02	0.98472	15	14.29	14.38	11.51	0.97973
64	10.09	10.11	8.09	0.98462	14	14.38	14.47	11.59	0.97963
63	10.17	10.19	8.15	0.98452	13	14.47	14.56	11.66	0.97953
62	10.25	10.28	8.22	0.98442	12	14.56	14.65	11.73	0.97943
61	10.34	10.36	8.29	0.98433	11	14.65	14.74	11.81	0.97933
60	10.42	10.44	8.36	0.98423	10	14.74	14.83	11.88	0.97923
59	10.50	10.53	8.42	0.98413	09	14.83	14.92	11.95	0.97913
58	10.59	10.61	8.49	0.98403	08	14.92	15.01	12.03	0.97903
57	10.67	10.70	8.56	0.98393	07	15.00	15.11	12.10	0.97893
56	10.75	10.78	8.63	0.98383	06	15.10	15.20	12.17	0.97883
55	10.84	10.87	8.70	0.98373	05	15.19	15.29	12.25	0.97874
54	10.92	10.96	8.76	0.98363	04	15.28	15.38	12.32	0.97864
53	11.00	11.04	8.83	0.98353	03	15.37	15.47	12.40	0.97854
52	11.09	11.13	8.90	0.98343	02	15.46	15.57	12.47	0.97844
51	11.17	11.21	8.97	0.98333	01	15.55	15.66	12.55	0.97834
50	11.26	11.30	9.04	0.98323	00	15.64	15.75	12.62	0.97824

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0,9799	15.73	15.84	12.69	0,97814	0,9749	20.40	20.48	16.54	0,97315
98	15.82	15.93	12.77	0,97804	48	20.49	20.57	16.62	0,97305
97	15.91	16.03	12.84	0,97794	47	20.58	20.67	16.70	0,97295
96	16.00	16.12	12.92	0,97784	46	20.68	20.76	16.78	0,97285
95	16.09	16.21	12.99	0,97774	45	20.77	20.85	16.85	0,97275
94	16.19	16.30	13.07	0,97764	44	20.86	20.94	16.93	0,97265
93	16.28	16.39	13.14	0,97754	43	20.96	21.03	17.01	0,97255
92	16.37	16.49	13.22	0,97744	42	21.05	21.13	17.09	0,97245
91	16.46	16.58	13.29	0,97734	41	21.14	21.22	17.16	0,97235
90	16.55	16.67	13.37	0,97724	40	21.23	21.31	17.24	0,97225
89	16.64	16.76	13.44	0,97714	39	21.33	21.40	17.32	0,97215
88	16.74	16.86	13.52	0,97704	38	21.42	21.50	17.39	0,97205
87	16.83	16.95	13.60	0,97694	37	21.51	21.59	17.47	0,97195
86	16.92	17.04	13.67	0,97684	36	21.60	21.69	17.55	0,97185
85	17.01	17.14	13.75	0,97674	35	21.70	21.78	17.62	0,97175
84	17.10	17.23	13.82	0,97664	34	21.79	21.87	17.70	0,97165
83	17.20	17.32	13.90	0,97654	33	21.88	21.97	17.78	0,97155
82	17.29	17.41	13.97	0,97644	32	21.97	22.06	17.85	0,97145
81	17.38	17.51	14.05	0,97634	31	22.07	22.16	17.93	0,97135
80	17.47	17.60	14.13	0,97624	30	22.16	22.25	18.01	0,97125
79	17.57	17.69	14.20	0,97614	29	22.25	22.34	18.08	0,97115
78	17.66	17.79	14.28	0,97604	28	22.34	22.43	18.16	0,97105
77	17.75	17.88	14.36	0,97594	27	22.43	22.52	18.24	0,97095
76	17.84	17.98	14.43	0,97584	26	22.52	22.61	18.31	0,97085
75	17.93	18.07	14.51	0,97574	25	22.62	22.71	18.39	0,97075
74	18.03	18.16	14.58	0,97564	24	22.71	22.80	18.46	0,97065
73	18.12	18.26	14.66	0,97554	23	22.80	22.89	18.54	0,97055
72	18.22	18.35	14.74	0,97544	22	22.89	22.98	18.62	0,97045
71	18.31	18.45	14.82	0,97534	21	22.98	23.07	18.69	0,97035
70	18.40	18.54	14.90	0,97524	20	23.07	23.16	18.77	0,97025

$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	18.50	18.63	14.97	0.97514	19	23.16	23.25	18.84	0.97015
68	18.59	18.73	15.05	0.97504	18	23.25	23.34	18.92	0.97005
67	18.69	18.82	15.13	0.97494	17	23.34	23.42	18.99	0.96995
66	18.78	18.91	15.21	0.97484	16	23.43	23.51	19.07	0.96985
65	18.88	19.01	15.28	0.97474	15	23.52	23.60	19.14	0.96975
64	18.97	19.10	15.36	0.97464	14	23.61	23.69	19.22	0.96965
63	19.06	19.19	15.44	0.97454	13	23.70	23.78	19.30	0.96955
62	19.16	19.28	15.52	0.97444	12	23.79	23.86	19.37	0.96945
61	19.26	19.38	15.60	0.97434	11	23.88	23.95	19.45	0.96935
60	19.35	19.47	15.68	0.97424	10	23.97	24.04	19.52	0.96925
59	19.45	19.56	15.76	0.97414	09	24.06	24.13	19.60	0.96915
58	19.54	19.65	15.84	0.97404	08	24.15	24.22	19.67	0.96905
57	19.64	19.75	15.92	0.97394	07	24.24	24.31	19.74	0.96895
56	19.74	19.84	16.00	0.97384	06	24.32	24.40	19.82	0.96885
55	19.83	19.93	16.08	0.97374	05	24.41	24.49	19.89	0.96875
54	19.93	20.02	16.16	0.97364	04	24.50	24.57	19.97	0.96865
53	20.02	20.11	16.23	0.97354	03	24.59	24.66	20.04	0.96855
52	20.12	20.21	16.31	0.97344	02	24.68	24.75	20.11	0.96845
51	20.21	20.30	16.39	0.97334	01	24.77	24.84	20.19	0.96835
50	20.30	20.39	16.47	0.97325	00	24.85	24.93	20.26	0.96825

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.9699	24.94	25.02	20.34	0.96815	0.9649	29.22	29.22	23.95	0.96316
98	25.03	25.10	20.41	0.96805	48	29.30	29.30	24.02	0.96306
97	25.12	25.19	20.48	0.96795	47	29.39	29.38	24.09	0.96296
96	25.21	25.28	20.56	0.96785	46	29.47	29.46	24.16	0.96286
95	25.30	25.37	20.63	0.96775	45	29.55	29.54	24.23	0.96276
94	25.38	25.45	20.71	0.96766	44	29.63	29.62	24.30	0.96266
93	25.47	25.54	20.78	0.96756	43	29.72	29.70	24.37	0.96256
92	25.56	25.63	20.85	0.96746	42	29.80	29.78	24.44	0.96246
91	25.65	25.71	20.93	0.96736	41	29.88	29.86	24.51	0.96236
90	25.74	25.80	21.00	0.96726	40	29.96	29.94	24.58	0.96226
89	25.83	25.89	21.08	0.96716	39	30.04	30.02	24.65	0.96216
88	25.91	25.97	21.15	0.96706	38	30.12	30.10	24.71	0.96207
87	26.00	26.06	21.23	0.96696	37	30.20	30.18	24.78	0.96197
86	26.09	26.14	21.30	0.96686	36	30.28	30.26	24.85	0.96187
85	26.18	26.23	21.37	0.96676	35	30.36	30.34	24.92	0.96177
84	26.26	26.31	21.44	0.96666	34	30.44	30.41	24.99	0.96167
83	26.35	26.40	21.52	0.96656	33	30.52	30.49	25.06	0.96157
82	26.43	26.48	21.59	0.96646	32	30.60	30.57	25.12	0.96147
81	26.52	26.57	21.66	0.96636	31	30.68	30.65	25.19	0.96137
80	26.61	26.65	21.73	0.96626	30	30.76	30.73	25.26	0.96127
79	26.69	26.73	21.81	0.96616	29	30.84	30.81	25.33	0.96117
78	26.78	26.82	21.88	0.96606	28	30.92	30.89	25.40	0.96107
77	26.86	26.90	21.95	0.96596	27	31.00	30.96	25.46	0.96097
76	26.95	26.99	22.02	0.96586	26	31.08	31.04	25.53	0.96087
75	27.04	27.07	22.10	0.96576	25	31.16	31.12	25.60	0.96077
74	27.12	27.15	22.17	0.96566	24	31.24	31.20	25.67	0.96067
73	27.20	27.24	22.24	0.96556	23	31.32	31.28	25.73	0.96057
72	27.29	27.32	22.31	0.96546	22	31.40	31.35	25.80	0.96047
71	27.37	27.41	22.38	0.96536	21	31.47	31.43	25.87	0.96037
70	27.46	27.49	22.45	0.96526	20	31.55	31.51	25.94	0.96027

69	27.54	27.57	22.52	0.96516	19	31.63	31.59	26.00	0.96017
68	27.63	27.66	22.60	0.96506	18	31.71	31.66	26.07	0.96007
67	27.71	27.74	22.67	0.96496	17	31.79	31.74	26.14	0.95997
66	27.80	27.82	22.74	0.96486	16	31.87	31.81	26.20	0.95987
65	27.88	27.91	22.81	0.96476	15	31.95	31.89	26.27	0.95977
64	27.97	27.99	22.88	0.96466	14	32.02	31.96	26.34	0.95967
63	28.05	28.07	22.95	0.96456	13	32.10	32.04	26.40	0.95957
62	28.13	28.15	23.02	0.96446	12	32.17	32.11	26.47	0.95947
61	28.22	28.24	23.10	0.96436	11	32.25	32.19	26.53	0.95937
60	28.30	28.32	23.17	0.96426	10	32.32	32.26	26.60	0.95927
59	28.39	28.40	23.24	0.96416	09	32.40	32.33	26.66	0.95917
58	28.47	28.48	23.31	0.96406	08	32.47	32.41	26.73	0.95907
57	28.55	28.57	23.38	0.96396	07	32.55	32.48	26.79	0.95897
56	28.64	28.65	23.45	0.96386	06	32.62	32.56	26.85	0.95887
55	28.72	28.73	23.52	0.96376	05	32.70	32.63	26.92	0.95877
54	28.80	28.81	23.59	0.96366	04	32.77	32.70	26.98	0.95867
53	28.89	28.89	23.66	0.96356	03	32.85	32.78	27.05	0.95857
52	28.97	28.98	23.74	0.96346	02	32.92	32.85	27.11	0.95847
51	29.06	29.06	23.81	0.96336	01	33.00	32.93	27.18	0.95837
50	29.14	29.14	23.88	0.96326	00	33.07	33.00	27.24	0.95827

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.9599	33.14	33.07	27.30	0.95817	0.9549	36.67	36.61	30.36	0.95318
98	33.22	33.15	27.37	0.95807	48	36.73	36.67	30.42	0.95308
97	33.29	33.22	27.43	0.95797	47	36.80	36.74	30.48	0.95298
96	33.36	33.29	27.49	0.95787	46	36.87	36.81	30.54	0.95288
95	33.44	33.37	27.56	0.95777	45	36.94	36.88	30.60	0.95278
94	33.51	33.44	27.62	0.95767	44	37.01	36.94	30.66	0.95268
93	33.58	33.51	27.68	0.95757	43	37.07	37.01	30.72	0.95258
92	33.65	33.58	27.74	0.95747	42	37.14	37.08	30.77	0.95248
91	33.73	33.66	27.81	0.95737	41	37.20	37.14	30.83	0.95238
90	33.80	33.73	27.87	0.95727	40	37.27	37.21	30.89	0.95228
89	33.87	33.80	27.93	0.95717	39	37.33	37.28	30.95	0.95218
88	33.95	33.87	28.00	0.95707	38	37.40	37.34	31.01	0.95208
87	34.02	33.95	28.06	0.95697	37	37.46	37.41	31.06	0.95198
86	34.09	34.02	28.12	0.95687	36	37.53	37.47	31.12	0.95188
85	34.16	34.09	28.18	0.95677	35	37.60	37.54	31.18	0.95178
84	34.23	34.16	28.25	0.95667	34	37.66	37.61	31.24	0.95168
83	34.31	34.23	28.31	0.95658	33	37.73	37.67	31.29	0.95158
82	34.38	34.31	28.37	0.95648	32	37.79	37.74	31.35	0.95148
81	34.45	34.38	28.43	0.95638	31	37.86	37.80	31.41	0.95138
80	34.52	34.45	28.49	0.95628	30	37.92	37.87	31.47	0.95128
79	34.59	34.52	28.56	0.95618	29	37.99	37.94	31.53	0.95118
78	34.66	34.59	28.62	0.95608	28	38.05	38.00	31.58	0.95108
77	34.74	34.66	28.68	0.95598	27	38.12	38.07	31.64	0.95099
76	34.81	34.73	28.74	0.95588	26	38.18	38.13	31.70	0.95089
75	34.88	34.81	28.81	0.95578	25	38.25	38.20	31.75	0.95079
74	34.95	34.88	28.87	0.95568	24	38.31	38.27	31.81	0.95069
73	35.02	34.95	28.93	0.95558	23	38.38	38.33	31.87	0.95059
72	35.09	35.02	28.99	0.95548	22	38.44	38.40	31.92	0.95049
71	35.16	35.09	29.05	0.95538	21	38.51	38.46	31.98	0.95039
70	35.23	35.16	29.11	0.95528	20	38.57	38.53	32.04	0.95029

69	35.30	35.23	29.17	0.95518	19	38.63	38.59	32.09	0.95019
68	35.37	35.30	29.23	0.95508	18	38.70	38.66	32.15	0.95009
67	35.44	35.37	29.29	0.95498	17	38.76	38.72	32.21	0.94999
66	35.50	35.44	29.35	0.95488	16	38.83	38.78	32.26	0.94989
65	35.57	35.51	29.41	0.95478	15	38.89	38.85	32.32	0.94979
64	35.64	35.57	29.47	0.95468	14	38.96	38.91	32.38	0.94969
63	35.71	35.64	29.53	0.95458	13	39.02	38.97	32.43	0.94959
62	35.78	35.71	29.59	0.95448	12	39.08	39.03	32.49	0.94949
61	35.85	35.78	29.65	0.95438	11	39.15	39.10	32.55	0.94939
60	35.92	35.85	29.71	0.95428	10	39.21	39.16	32.60	0.94929
59	35.99	35.92	29.77	0.95418	09	39.27	39.22	32.66	0.94919
58	36.05	35.99	29.83	0.95408	08	39.33	39.29	32.71	0.94909
57	36.12	36.06	29.89	0.95398	07	39.40	39.35	32.77	0.94899
56	36.19	36.13	29.95	0.95388	06	39.46	39.41	32.82	0.94889
55	36.26	36.20	30.01	0.95378	05	39.52	39.48	32.88	0.94879
54	36.33	36.26	30.07	0.95368	04	39.59	39.54	32.94	0.94869
53	36.39	36.33	30.13	0.95358	03	39.65	39.60	32.99	0.94859
52	36.46	36.40	30.18	0.95348	02	39.71	39.66	33.05	0.94849
51	36.53	36.47	30.24	0.95338	01	39.77	39.73	33.10	0.94839
50	36.60	36.54	30.30	0.95328	00	39.84	39.79	33.16	0.94829

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.9499	39.90	39.85	33.21	0.94819	0.9449	42.91	42.87	35.91	0.94320
98	39.96	39.92	33.27	0.94809	48	42.97	42.93	35.96	0.94310
97	40.02	39.98	33.33	0.94799	47	43.02	42.98	36.01	0.94300
96	40.09	40.04	33.38	0.94789	46	43.08	43.04	36.06	0.94290
95	40.15	40.11	33.43	0.94779	45	43.14	43.10	36.12	0.94280
94	40.21	40.17	33.49	0.94769	44	43.20	43.16	36.17	0.94270
93	40.27	40.23	33.54	0.94759	43	43.26	43.22	36.22	0.94260
92	40.33	40.29	33.60	0.94749	42	43.31	43.27	36.27	0.94250
91	40.39	40.36	33.65	0.94739	41	43.37	43.33	36.33	0.94240
90	40.46	40.42	33.71	0.94729	40	43.43	43.39	36.38	0.94230
89	40.52	40.48	33.76	0.94719	39	43.49	43.45	36.43	0.94220
88	40.58	40.54	33.82	0.94709	38	43.55	43.51	36.48	0.94210
87	40.64	40.60	33.87	0.94699	37	43.60	43.56	36.54	0.94200
86	40.70	40.66	33.93	0.94689	36	43.66	43.62	36.59	0.94190
85	40.76	40.73	33.98	0.94679	35	43.72	43.68	36.64	0.94180
84	40.83	40.79	34.04	0.94669	34	43.78	43.74	36.69	0.94170
83	40.89	40.85	34.09	0.94659	33	43.84	43.80	36.75	0.94160
82	40.95	40.91	34.15	0.94649	32	43.89	43.85	36.80	0.94150
81	41.01	40.97	34.20	0.94639	31	43.95	43.91	36.85	0.94140
80	41.07	41.03	34.26	0.94629	30	44.01	43.97	36.90	0.94130
79	41.13	41.09	34.31	0.94619	29	44.07	44.03	36.95	0.94120
78	41.19	41.15	34.36	0.94609	28	44.12	44.08	37.01	0.94110
77	41.25	41.21	34.42	0.94599	27	44.18	44.14	37.06	0.94100
76	41.31	41.27	34.47	0.94589	26	44.23	44.20	37.11	0.94090
75	41.37	41.33	34.52	0.94579	25	44.29	44.26	37.16	0.94080
74	41.43	41.39	34.58	0.94569	24	44.35	44.31	37.21	0.94070
73	41.49	41.45	34.63	0.94559	23	44.40	44.37	37.26	0.94060
72	41.55	41.51	34.69	0.94550	22	44.46	44.43	37.31	0.94050
71	41.61	41.57	34.74	0.94540	21	44.51	44.48	37.36	0.94040
70	41.67	41.63	34.79	0.94530	20	44.57	44.54	37.41	0.94030

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	41.73	41.69	34.85	0.94520	19	44.63	44.60	37.46	0.94020
68	41.79	41.75	34.90	0.94510	18	44.68	44.65	37.52	0.94010
67	41.85	41.81	34.95	0.94500	17	44.74	44.71	37.57	0.94000
66	41.91	41.87	35.01	0.94490	16	44.79	44.76	37.62	0.93991
65	41.97	41.93	35.06	0.94480	15	44.85	44.82	37.67	0.93981
64	42.03	41.98	35.11	0.94470	14	44.91	44.88	37.72	0.93971
63	42.08	42.04	35.17	0.94460	13	44.96	44.93	37.77	0.93961
62	42.14	42.10	35.22	0.94450	12	45.02	44.99	37.82	0.93951
61	42.20	42.16	35.27	0.94440	11	45.07	45.04	37.87	0.93941
60	42.26	42.22	35.32	0.94430	10	45.13	45.10	37.92	0.93931
59	42.32	42.28	35.38	0.94420	09	45.18	45.16	37.97	0.93921
58	42.38	42.34	35.43	0.94410	08	45.24	45.21	38.02	0.93911
57	42.44	42.40	35.48	0.94400	07	45.29	45.27	38.07	0.93901
56	42.50	42.46	35.54	0.94390	06	45.35	45.32	38.12	0.93891
55	42.55	42.52	35.59	0.94380	05	45.40	45.38	38.18	0.93881
54	42.61	42.57	35.64	0.94370	04	45.46	45.43	38.23	0.93871
53	42.67	42.63	35.69	0.94360	03	45.52	45.49	38.28	0.93861
52	42.73	42.69	35.75	0.94350	02	45.57	45.54	38.33	0.93851
51	42.79	42.75	35.80	0.94340	01	45.63	45.60	38.38	0.93841
50	42.85	42.81	35.85	0.94330	00	45.68	45.65	38.43	0.93831

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.9399	45.74	45.71	38.48	0.93821	0.9349	48.42	48.39	40.95	0.93322
98	45.79	45.76	38.53	0.93811	48	48.47	48.44	41.00	0.93312
97	45.85	45.82	38.58	0.93801	47	48.52	48.50	41.05	0.93302
96	45.90	45.87	38.63	0.93791	46	48.57	48.55	41.10	0.93292
95	45.96	45.93	38.68	0.93781	45	48.63	48.60	41.15	0.93282
94	46.01	45.99	38.73	0.93771	44	48.68	48.65	41.19	0.93272
93	46.07	46.04	38.78	0.93761	43	48.73	48.70	41.24	0.93262
92	46.12	46.10	38.83	0.93751	42	48.78	48.76	41.29	0.93252
91	46.17	46.15	38.88	0.93741	41	48.83	48.81	41.34	0.93242
90	46.23	46.21	38.93	0.93731	40	48.89	48.86	41.39	0.93232
89	46.28	46.26	38.98	0.93721	39	48.94	48.91	41.44	0.93222
88	46.34	46.32	39.03	0.93711	38	48.99	48.96	41.48	0.93212
87	46.39	46.37	39.08	0.93701	37	49.04	49.02	41.53	0.93202
86	46.45	46.43	39.13	0.93691	36	49.09	49.07	41.58	0.93192
85	46.50	46.48	39.18	0.93681	35	49.14	49.12	41.63	0.93182
84	46.55	46.53	39.23	0.93671	34	49.19	49.17	41.68	0.93172
83	46.61	46.59	39.28	0.93661	33	49.25	49.22	41.72	0.93162
82	46.66	46.64	39.33	0.93651	32	49.30	49.28	41.77	0.93152
81	46.72	46.70	39.38	0.93641	31	49.35	49.33	41.82	0.93142
80	46.77	46.75	39.43	0.93631	30	49.40	49.38	41.87	0.93132
79	46.83	46.80	39.48	0.93621	29	49.45	49.43	41.92	0.93122
78	46.88	46.86	39.53	0.93611	28	49.50	49.48	41.96	0.93112
77	46.93	46.91	39.58	0.93601	27	49.55	49.54	42.01	0.93102
76	46.99	46.97	39.63	0.93591	26	49.60	49.59	42.06	0.93092
75	47.04	47.02	39.68	0.93581	25	49.66	49.64	42.11	0.93082
74	47.09	47.07	39.73	0.93571	24	49.71	49.69	42.16	0.93072
73	47.15	47.13	39.78	0.93561	23	49.76	49.74	42.20	0.93062
72	47.20	47.18	39.83	0.93551	22	49.81	49.80	42.25	0.93052
71	47.25	47.24	39.87	0.93541	21	49.86	49.85	42.30	0.93042
70	47.31	47.29	39.92	0.93531	20	49.91	49.90	42.35	0.93032

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	47.36	47.34	39.97	0.93521	19	49.96	49.95	42.39	0.93022
68	47.42	47.40	40.02	0.93511	18	50.01	50.00	42.44	0.93012
67	47.47	47.45	40.07	0.93501	17	50.06	50.05	42.49	0.93002
66	47.52	47.50	40.12	0.93491	16	50.11	50.10	42.54	0.92992
65	47.58	47.56	40.17	0.93481	15	50.16	50.16	42.58	0.92982
64	47.63	47.61	40.22	0.93471	14	50.21	50.21	42.63	0.92972
63	47.68	47.66	40.27	0.93461	13	50.26	50.26	42.68	0.92962
62	47.74	47.71	40.32	0.93451	12	50.31	50.31	42.73	0.92952
61	47.79	47.77	40.37	0.93442	11	50.36	50.36	42.77	0.92942
60	47.84	47.82	40.42	0.93432	10	50.41	50.41	42.82	0.92932
59	47.90	47.87	40.47	0.93422	09	50.47	50.46	42.87	0.92922
58	47.95	47.92	40.52	0.93412	08	50.52	50.51	42.91	0.92912
57	48.00	47.98	40.57	0.93402	07	50.57	50.56	42.96	0.92902
56	48.05	48.03	40.61	0.93392	06	50.62	50.61	43.01	0.92892
55	48.11	48.08	40.66	0.93382	05	50.67	50.67	43.06	0.92883
54	48.16	48.13	40.71	0.93372	04	50.72	50.72	43.10	0.92873
53	48.21	48.18	40.76	0.93362	03	50.77	50.77	43.15	0.92863
52	48.26	48.24	40.81	0.93352	02	50.82	50.82	43.20	0.92853
51	48.31	48.29	40.86	0.93342	01	50.87	50.87	43.25	0.92843
50	48.37	48.34	40.90	0.93332	00	50.92	50.92	43.29	0.92833

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.9299	50.97	50.97	43.34	0.92823	0.9249	53.43	53.45	45.68	0.92324
98	51.02	51.02	43.39	0.92813	48	53.48	53.50	45.73	0.92314
97	51.07	51.07	43.43	0.92803	47	53.53	53.54	45.77	0.92304
96	51.12	51.12	43.48	0.92793	46	53.57	53.59	45.82	0.92294
95	51.17	51.18	43.53	0.92783	45	53.62	53.64	45.87	0.92284
94	51.22	51.23	43.57	0.92773	44	53.67	53.69	45.91	0.92274
93	51.27	51.28	43.62	0.92763	43	53.72	53.74	45.96	0.92264
92	51.31	51.33	43.67	0.92753	42	53.77	53.78	46.00	0.92254
91	51.36	51.38	43.72	0.92743	41	53.82	53.83	46.05	0.92244
90	51.41	51.43	43.76	0.92733	40	53.87	53.88	46.10	0.92234
89	51.46	51.48	43.81	0.92723	39	53.91	53.93	46.14	0.92224
88	51.51	51.53	43.86	0.92713	38	53.96	53.97	46.19	0.92214
87	51.56	51.58	43.90	0.92703	37	54.01	54.02	46.24	0.92204
86	51.61	51.63	43.95	0.92693	36	54.06	54.07	46.28	0.92194
85	51.66	51.68	44.00	0.92683	35	54.11	54.12	46.33	0.92184
84	51.71	51.73	44.04	0.92673	34	54.15	54.16	46.37	0.92174
83	51.76	51.78	44.09	0.92663	33	54.20	54.21	46.42	0.92164
82	51.81	51.83	44.14	0.92653	32	54.25	54.26	46.47	0.92154
81	51.86	51.88	44.19	0.92643	31	54.30	54.30	46.51	0.92144
80	51.91	51.93	44.23	0.92633	30	54.35	54.35	46.56	0.92134
79	51.96	51.98	44.28	0.92623	29	54.39	54.40	46.60	0.92124
78	52.01	52.03	44.33	0.92613	28	54.44	54.45	46.65	0.92114
77	52.06	52.08	44.37	0.92603	27	54.49	54.49	46.70	0.92104
76	52.11	52.13	44.42	0.92593	26	54.54	54.54	46.74	0.92094
75	52.16	52.18	44.47	0.92583	25	54.58	54.59	46.79	0.92084
74	52.21	52.22	44.51	0.92573	24	54.63	54.64	46.83	0.92074
73	52.26	52.27	44.56	0.92563	23	54.68	54.69	46.88	0.92064
72	52.30	52.32	44.61	0.92553	22	54.73	54.73	46.93	0.92054
71	52.35	52.37	44.65	0.92543	21	54.78	54.78	46.97	0.92044
70	52.40	52.42	44.70	0.92533	20	54.82	54.83	47.02	0.92034

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	52.45	52.47	44.75	0.92523	19	54.87	54.88	47.06	0.92024
68	52.50	52.52	44.79	0.92513	13	54.92	54.92	47.11	0.92014
67	52.55	52.57	44.84	0.92503	17	54.97	54.97	47.16	0.92004
66	52.60	52.62	44.89	0.92493	16	55.01	55.02	47.20	0.91994
65	52.65	52.67	44.93	0.92483	15	55.06	55.07	47.25	0.91984
64	52.70	52.71	44.98	0.92473	14	55.11	55.11	47.29	0.91974
63	52.75	52.76	45.03	0.92463	13	55.16	55.16	47.34	0.91964
62	52.80	52.81	45.08	0.92453	12	55.20	55.21	47.39	0.91954
61	52.85	52.86	45.12	0.92443	11	55.25	55.25	47.43	0.91944
60	52.89	52.91	45.17	0.92433	10	55.30	55.30	47.48	0.91934
59	52.94	52.96	45.22	0.92423	09	55.34	55.35	47.52	0.91924
58	52.99	53.01	45.26	0.92413	08	55.39	55.40	47.57	0.91914
57	53.04	53.06	45.31	0.92403	07	55.44	55.44	47.61	0.91904
56	53.09	53.11	45.36	0.92393	06	55.49	55.49	47.66	0.91894
55	53.14	53.16	45.40	0.92383	05	55.53	55.54	47.71	0.91884
54	53.19	53.20	45.45	0.92373	04	55.58	55.59	47.75	0.91874
53	53.24	53.25	45.49	0.92363	03	55.63	55.64	47.30	0.91864
52	53.28	53.30	45.54	0.92353	02	55.68	55.68	47.84	0.91854
51	53.33	53.35	45.59	0.92343	01	55.72	55.73	47.89	0.91844
50	53.38	53.40	45.63	0.92333	00	55.77	55.78	47.94	0.91834

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.9199	55.82	55.83	47.98	0.91824	0.9149	58.14	58.15	50.25	0.91325
98	55.87	55.88	48.03	0.91814	48	58.18	58.19	50.29	0.91315
97	55.91	55.92	48.07	0.91804	47	58.23	58.24	50.34	0.91305
96	55.96	55.97	48.12	0.91794	46	58.28	58.28	50.38	0.91295
95	56.01	56.02	48.16	0.91784	45	58.32	58.33	50.43	0.91285
94	56.05	56.07	48.21	0.91775	44	58.37	58.38	50.47	0.91275
93	56.10	56.12	48.26	0.91765	43	58.41	58.42	50.52	0.91265
92	56.15	56.16	48.30	0.91755	42	58.46	58.47	50.56	0.91255
91	56.19	56.21	48.35	0.91745	41	58.50	58.51	50.61	0.91245
90	56.24	56.26	48.39	0.91735	40	58.55	58.56	50.65	0.91235
89	56.29	56.31	48.44	0.91725	39	58.59	58.61	50.70	0.91225
88	56.34	56.35	48.48	0.91715	38	58.64	58.65	50.74	0.91216
87	56.38	56.40	48.53	0.91705	37	58.68	58.70	50.79	0.91206
86	56.43	56.45	48.57	0.91695	36	58.73	58.74	50.83	0.91196
85	56.48	56.50	48.62	0.91685	35	58.77	58.79	50.88	0.91186
84	56.52	56.54	48.67	0.91675	34	58.82	58.83	50.92	0.91176
83	56.57	56.59	48.71	0.91665	33	58.87	58.83	50.97	0.91166
82	56.62	56.64	48.76	0.91655	32	58.91	58.92	51.01	0.91156
81	56.66	56.68	48.80	0.91645	31	58.96	58.97	51.06	0.91146
80	56.71	56.73	48.85	0.91635	30	59.00	58.01	51.10	0.91136
79	56.76	56.78	48.89	0.91625	29	59.05	59.06	51.15	0.91126
78	56.80	56.82	48.94	0.91615	28	59.09	59.10	51.19	0.91116
77	56.85	56.87	48.99	0.91605	27	59.14	59.15	51.23	0.91106
76	56.90	56.91	49.03	0.91595	26	59.18	59.19	51.28	0.91096
75	55.94	56.96	49.08	0.91585	25	59.23	59.24	51.32	0.91086
74	56.99	57.00	49.12	0.91575	24	59.27	59.28	51.37	0.91076
73	57.04	57.05	49.17	0.91565	23	59.31	59.33	51.41	0.91066
72	57.08	57.09	49.21	0.91555	22	59.36	59.37	51.46	0.91056
71	57.13	57.14	49.26	0.91545	21	59.40	59.42	51.50	0.91046
70	57.18	57.18	49.30	0.91535	20	59.45	59.46	51.54	0.91036

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	57.22	57.23	49.35	0.91525	19	59.49	59.51	51.59	0.91026
68	57.27	57.27	49.39	0.91515	18	59.54	59.55	51.63	0.91016
67	57.31	57.32	49.44	0.91505	17	59.58	59.60	51.68	0.91006
66	57.36	57.36	49.48	0.91495	16	59.63	59.64	51.72	0.91096
65	57.41	57.41	49.53	0.91485	15	59.67	59.69	51.77	0.90996
64	57.45	57.46	49.57	0.91475	14	59.72	59.73	51.81	0.90976
63	57.50	57.50	49.62	0.91465	13	59.76	59.78	51.86	0.90966
62	57.54	57.55	49.66	0.91455	12	59.81	59.82	51.90	0.90956
61	57.59	57.59	49.71	0.91445	11	59.85	59.87	51.95	0.90946
60	57.64	57.64	49.75	0.91435	10	59.90	59.91	51.99	0.90936
59	57.68	57.69	49.80	0.91425	09	59.94	59.95	52.03	0.90926
58	57.73	57.73	49.84	0.91415	08	59.99	60.00	52.08	0.90916
57	57.77	57.78	49.89	0.91405	07	60.03	60.04	52.12	0.90906
56	57.82	57.82	49.93	0.91395	06	60.08	60.09	52.17	0.90896
55	57.87	57.87	49.98	0.91385	05	60.12	60.13	52.21	0.90886
54	57.91	57.92	50.03	0.91375	04	60.16	60.17	52.26	0.90876
53	57.96	57.96	50.07	0.91365	03	60.21	60.22	52.30	0.90866
52	58.00	58.01	50.12	0.91355	02	60.25	60.26	52.34	0.90856
51	58.05	58.05	50.16	0.91345	01	60.30	60.31	52.39	0.90846
50	58.09	58.10	50.20	0.91335	00	60.34	60.35	52.43	0.90836

D, 20° 20° relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, 20° 20° relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.9099	60.39	60.40	52.48	0.90826	0.9049	62.58	62.58	54.68	0.90327
98	60.43	60.44	52.52	0.90816	48	62.62	62.63	54.73	0.90317
97	60.47	60.49	52.57	0.90806	47	62.66	62.67	54.77	0.90307
96	60.52	60.53	52.61	0.90796	46	62.71	62.71	54.82	0.90297
95	60.56	60.58	52.66	0.90786	45	62.75	62.76	54.86	0.90287
94	60.61	60.62	52.70	0.90776	44	62.79	62.80	54.90	0.90277
93	60.65	60.67	52.74	0.90766	43	62.84	62.84	54.95	0.90267
92	60.70	60.71	52.79	0.90756	42	62.88	62.88	54.99	0.90257
91	60.74	60.76	52.83	0.90746	41	62.92	62.93	55.04	0.90247
90	60.78	60.80	52.88	0.90736	40	62.97	62.97	55.08	0.90237
89	60.83	60.84	52.92	0.90726	39	63.01	63.01	55.12	0.90227
88	60.87	60.89	52.97	0.90716	38	63.05	63.06	55.17	0.90217
87	60.92	60.93	53.01	0.90706	37	63.10	63.10	55.21	0.90207
86	60.96	60.97	53.05	0.90696	36	63.14	63.14	55.25	0.90197
85	61.01	61.02	53.10	0.90686	35	63.18	63.19	55.30	0.90187
84	61.05	61.06	53.14	0.90676	34	63.23	63.23	55.34	0.90177
83	61.09	61.10	53.19	0.90667	33	63.27	63.27	55.39	0.90167
82	61.14	61.14	53.23	0.90657	32	63.31	63.31	55.43	0.90157
81	61.18	61.19	53.28	0.90647	31	63.36	63.36	55.47	0.90147
80	61.23	61.23	53.32	0.90637	30	63.40	63.40	55.52	0.90137
79	61.27	61.27	53.36	0.90627	29	63.44	63.44	55.56	0.90127
78	61.31	61.32	53.41	0.90617	28	63.48	63.49	55.51	0.90117
77	61.36	61.36	53.45	0.90607	27	63.53	63.53	55.65	0.90108
76	61.40	61.41	53.50	0.90597	26	63.57	63.57	55.69	0.90098
75	61.44	61.45	53.54	0.90537	25	63.61	63.62	55.74	0.90088
74	61.49	61.49	53.58	0.90577	24	63.66	63.66	55.78	0.90078
73	61.53	61.54	53.63	0.90567	23	63.70	63.70	55.82	0.90068
72	61.58	61.58	53.67	0.90557	22	63.74	63.74	55.87	0.90058
71	61.62	61.63	53.72	0.90547	21	63.79	63.79	55.91	0.90048
70	61.66	61.67	53.76	0.90537	20	63.83	63.83	55.96	0.90038
69	61.71	61.71	53.80	0.90527	19	63.87	63.87	56.00	0.90028

$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
68	61.75	61.76	53.85	0.90517	18	63.92	63.92	56.04	0.90018
67	61.79	61.80	53.89	0.90507	17	63.96	63.96	56.09	0.90008
66	61.84	61.84	53.94	0.90497	16	64.00	64.00	56.13	0.89998
65	61.88	61.89	53.98	0.90487	15	64.04	64.05	56.18	0.89988
64	61.93	61.93	54.02	0.90477	14	64.09	64.09	56.22	0.89978
63	61.97	61.97	54.07	0.90467	13	64.13	64.13	56.26	0.89968
62	62.01	62.01	54.11	0.90457	12	64.17	64.17	56.31	0.89958
61	62.06	62.06	54.16	0.90447	11	64.22	64.22	56.35	0.89948
60	62.10	62.10	54.20	0.90437	10	64.26	64.26	56.39	0.89938
59	62.14	62.14	54.24	0.90427	09	64.30	64.30	56.44	0.89928
58	62.19	62.19	54.29	0.90417	08	64.34	64.34	56.48	0.89918
57	62.23	62.23	54.33	0.90407	07	64.39	64.39	56.53	0.89908
56	62.27	62.28	54.38	0.90397	06	64.43	64.43	56.57	0.89898
55	62.32	62.32	54.42	0.90387	05	64.47	64.47	56.61	0.89888
54	62.36	62.36	54.46	0.90377	04	64.52	64.51	56.66	0.89878
53	62.40	62.41	54.51	0.90367	03	64.56	64.55	56.70	0.89868
52	62.45	62.45	54.55	0.90357	02	64.60	64.60	56.75	0.89858
51	62.49	62.50	54.60	0.90347	01	64.64	64.64	56.79	0.89848
50	62.53	62.54	54.64	0.90337	00	64.69	64.68	56.83	0.89838

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.8999	64.73	64.72	56.88	0.89828	0.8949	66.83	66.81	59.05	0.89329
98	64.77	64.77	56.92	0.89818	48	66.87	66.85	59.10	0.89319
97	64.82	64.81	56.97	0.89808	47	66.92	66.89	59.14	0.89309
96	64.86	64.85	57.01	0.89798	46	66.96	66.93	59.18	0.89299
95	64.90	64.90	57.05	0.89788	45	67.00	66.98	59.23	0.89289
94	64.94	64.94	57.10	0.89778	44	67.04	67.02	59.27	0.89279
93	64.99	64.98	57.14	0.89768	43	67.08	67.06	59.31	0.89269
92	65.03	65.02	57.19	0.89758	42	67.12	67.10	59.36	0.89259
91	65.07	65.07	57.23	0.89748	41	67.17	67.14	59.40	0.89249
90	65.11	65.11	57.27	0.89738	40	67.21	67.18	59.44	0.89239
89	65.16	65.15	57.32	0.89728	39	67.25	67.22	59.49	0.89229
88	65.20	65.19	57.36	0.89718	38	67.29	67.26	59.53	0.89219
87	65.24	65.23	57.40	0.89708	37	67.33	67.30	59.57	0.89209
86	65.28	65.27	57.45	0.89698	36	67.37	67.34	59.62	0.89199
85	65.32	65.32	57.49	0.89688	35	67.41	67.39	59.66	0.89189
84	65.37	65.36	57.53	0.89678	34	67.46	67.43	59.70	0.89179
83	65.41	65.40	57.58	0.89668	33	67.50	67.47	59.75	0.89169
82	65.45	65.44	57.62	0.89658	32	67.54	67.51	59.79	0.89159
81	65.49	65.48	57.66	0.89648	31	67.58	67.55	59.83	0.89149
80	65.53	65.52	57.71	0.89638	30	67.62	67.59	59.88	0.89139
79	65.58	65.56	57.75	0.89628	29	67.66	67.63	59.92	0.89129
78	65.62	65.60	57.79	0.89618	28	67.70	67.67	59.96	0.89119
77	65.66	65.65	57.84	0.89608	27	67.75	67.71	60.01	0.89109
76	65.70	65.69	57.88	0.89598	26	67.79	67.75	60.05	0.89099
75	65.74	65.73	57.92	0.89588	25	67.83	67.80	60.10	0.89089
74	65.79	65.77	57.97	0.89578	24	67.87	67.84	60.14	0.89079
73	65.83	65.81	58.01	0.89568	23	67.91	67.88	60.18	0.89069
72	65.87	65.86	58.06	0.89559	22	67.95	67.92	60.23	0.89059
71	65.91	65.90	58.10	0.89549	21	67.99	67.96	60.27	0.89049
70	65.96	65.94	58.14	0.89539	20	68.03	68.00	60.31	0.89039

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	66.00	65.98	58.19	0.89529	19	68.08	68.04	60.35	0.89029
68	66.04	66.02	58.23	0.89519	18	68.12	68.08	60.40	0.89019
67	66.08	66.06	58.27	0.89509	17	68.16	68.13	60.44	0.89009
66	66.12	66.10	58.32	0.89499	16	68.20	68.17	60.48	0.89000
65	66.16	66.15	58.36	0.89489	15	68.24	68.21	60.53	0.88990
64	66.21	66.19	58.40	0.89479	14	68.28	68.25	60.57	0.88980
63	66.25	66.23	58.45	0.89469	13	68.32	68.29	60.61	0.88970
62	66.29	66.27	58.49	0.89459	12	68.36	68.34	60.66	0.88960
61	66.33	66.31	58.53	0.89449	11	68.40	68.38	60.70	0.88950
60	66.37	66.35	58.58	0.89439	10	68.44	68.42	60.74	0.88940
59	66.42	66.39	58.62	0.89429	09	68.48	68.46	60.78	0.88930
58	66.46	66.43	58.66	0.89419	08	68.52	68.50	60.83	0.88920
57	66.50	66.48	58.71	0.89409	07	68.56	68.54	60.87	0.88910
56	66.54	66.52	58.75	0.89399	06	68.61	68.58	60.91	0.88900
55	66.58	66.56	58.79	0.89389	05	68.65	68.62	60.96	0.88890
54	66.62	66.60	58.84	0.89379	04	68.69	68.66	61.00	0.88880
53	66.67	66.64	58.88	0.89369	03	68.73	68.70	61.04	0.88870
52	66.71	66.69	58.92	0.89359	02	68.77	68.74	61.09	0.88860
51	66.75	66.73	58.97	0.89349	01	68.81	68.78	61.13	0.88850
50	66.79	66.77	59.01	0.89339	00	68.85	68.82	61.17	0.88840

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.8899	68.89	68.86	61.21	0.88830	0.8849	70.90	70.87	63.36	0.88331
98	68.93	68.90	61.26	0.88820	48	70.94	70.91	63.40	0.88321
97	68.97	68.94	61.30	0.88810	47	70.98	70.95	63.44	0.88311
96	69.01	68.98	61.34	0.88800	46	71.02	70.99	63.49	0.88301
95	69.05	69.03	61.39	0.88790	45	71.06	71.03	63.53	0.88291
94	69.09	69.07	61.43	0.88780	44	71.10	71.07	63.57	0.88281
93	69.13	69.11	61.47	0.88770	43	71.14	71.11	63.61	0.88271
92	69.18	69.15	61.52	0.88760	42	71.18	71.15	63.66	0.88261
91	69.22	69.19	61.56	0.88750	41	71.22	71.19	63.70	0.88251
90	69.26	69.23	61.60	0.88740	40	71.26	71.23	63.74	0.88241
89	69.30	69.27	61.64	0.88730	39	71.30	71.27	63.78	0.88231
88	69.34	69.31	61.69	0.88720	38	71.34	71.31	63.63	0.88221
87	69.38	69.35	61.73	0.88710	37	71.38	71.35	63.87	0.88211
86	69.42	69.39	61.77	0.88700	36	71.42	71.39	63.91	0.88201
85	69.46	69.43	61.82	0.88690	35	71.46	71.43	63.95	0.88191
84	69.50	69.47	61.86	0.88680	34	71.50	71.47	64.00	0.88181
83	69.54	69.51	61.90	0.88670	33	71.54	71.51	64.04	0.88171
82	69.58	69.55	61.95	0.88660	32	71.58	71.55	64.08	0.88161
81	69.62	69.59	61.99	0.88650	31	71.61	71.59	64.13	0.88151
80	69.66	69.63	62.03	0.88640	30	71.65	71.63	64.17	0.88141
79	69.70	69.67	62.08	0.88630	29	71.69	71.67	64.21	0.88131
78	69.74	69.71	62.12	0.88620	28	71.73	71.71	64.25	0.88121
77	69.78	69.75	62.16	0.88610	27	71.77	71.75	64.30	0.88111
76	69.82	69.79	62.20	0.88600	26	71.81	71.79	64.34	0.88101
75	69.86	69.83	62.25	0.88590	25	71.85	71.83	64.38	0.88091
74	69.91	69.87	62.29	0.88580	24	71.89	71.86	64.42	0.88081
73	69.95	69.91	62.33	0.88570	23	71.93	71.90	64.47	0.88071
72	69.99	69.95	62.38	0.88560	22	71.97	71.94	64.51	0.88061
71	70.03	69.99	62.42	0.88550	21	72.01	71.98	64.55	0.88051
70	70.07	70.03	62.46	0.88540	20	72.05	72.02	64.60	0.88041

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	70.11	70.07	62.51	0.88530	19	72.09	72.06	64.64	0.88031
68	70.15	70.11	62.55	0.88520	18	72.13	72.10	64.68	0.88021
67	70.19	70.15	62.59	0.88510	17	72.17	72.14	64.72	0.88011
66	70.23	70.19	62.63	0.88500	16	72.21	72.18	64.77	0.88001
65	70.27	70.24	62.68	0.88490	15	72.25	72.22	64.81	0.87991
64	70.30	70.28	62.72	0.88480	14	72.28	72.25	64.85	0.87981
63	70.34	70.32	62.76	0.88470	13	72.32	72.29	64.89	0.87971
62	70.38	70.36	62.80	0.88460	12	72.36	72.33	64.93	0.87961
61	70.42	70.40	62.85	0.88451	11	72.40	72.37	64.98	0.87951
60	70.46	70.44	62.89	0.88441	10	72.44	72.41	65.02	0.87941
59	70.50	70.48	62.93	0.88431	09	72.48	72.45	65.06	0.87931
58	70.54	70.52	62.97	0.88421	08	72.52	72.49	65.11	0.87921
57	70.58	70.56	63.02	0.88411	07	72.56	72.53	65.15	0.87911
56	70.62	70.60	63.06	0.88401	06	72.60	72.57	65.19	0.87901
55	70.66	70.64	63.10	0.88391	05	72.64	72.61	65.23	0.87892
54	70.70	70.67	63.14	0.88381	04	72.68	72.64	65.28	0.87882
53	70.74	70.71	63.19	0.88371	03	72.72	72.68	65.32	0.87872
52	70.78	70.75	63.23	0.88361	02	72.75	72.72	65.36	0.87862
51	70.82	70.79	63.27	0.88351	01	72.79	72.76	65.40	0.87852
50	70.86	70.83	63.31	0.88341	00	72.83	72.80	65.45	0.87842

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0,8799	72.87	72.84	65.49	0.87832	0.8749	74.80	74.77	67.60	0.87333
98	72.91	72.88	65.53	0.87822	48	74.84	74.81	67.65	0.87323
97	72.95	72.92	65.57	0.87812	47	74.87	74.84	67.69	0.87313
96	72.99	72.96	65.62	0.87802	46	74.91	74.88	67.73	0.87303
95	73.03	73.00	65.66	0.87792	45	74.95	74.92	67.77	0.87293
94	73.07	73.03	65.70	0.87782	44	74.99	74.96	67.82	0.87283
93	73.11	73.07	65.74	0.87772	43	75.03	75.00	67.86	0.87273
92	73.14	73.11	65.78	0.87762	42	75.07	75.03	67.90	0.87263
91	73.18	73.15	65.83	0.87752	41	75.10	75.07	67.94	0.87253
90	73.22	73.19	65.87	0.87742	40	75.14	75.11	67.98	0.87243
89	73.26	73.23	65.91	0.87732	39	75.18	75.15	68.03	0.87233
88	73.30	73.27	65.95	0.87722	38	75.22	75.19	68.07	0.87223
87	73.34	73.31	66.00	0.87712	37	75.25	75.22	68.11	0.87213
86	73.38	73.35	66.04	0.87702	36	75.29	75.26	68.15	0.87203
85	73.41	73.39	66.08	0.87692	35	75.33	75.30	68.19	0.87193
84	73.45	73.42	66.12	0.87682	34	75.37	75.34	68.24	0.87183
83	73.49	73.46	66.16	0.87672	33	75.41	75.38	68.28	0.87173
82	73.53	73.50	66.21	0.87662	32	75.44	75.41	68.32	0.87163
81	73.57	73.54	66.25	0.87652	31	75.48	75.45	68.36	0.87153
80	73.61	73.58	66.29	0.87642	30	75.52	75.49	68.40	0.87143
79	73.64	73.62	66.33	0.87632	29	75.56	75.53	68.45	0.87133
78	73.68	73.66	66.38	0.87622	28	75.60	75.57	68.49	0.87123
77	73.72	73.70	66.42	0.87612	27	75.63	75.60	68.53	0.87113
76	73.76	73.74	66.46	0.87602	26	75.67	75.64	68.57	0.87103
75	73.80	73.78	66.50	0.87592	25	75.71	75.68	68.61	0.87093
74	73.84	73.81	66.54	0.87582	24	75.75	75.72	68.66	0.87083
73	73.88	73.85	66.59	0.87572	23	75.78	75.76	68.70	0.87073
72	73.91	73.89	66.63	0.87562	22	75.82	75.79	68.74	0.87063
71	73.95	73.93	66.67	0.87552	21	75.86	75.83	68.78	0.87053
70	73.99	73.97	66.71	0.87542	20	75.90	75.87	68.83	0.87043

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	74.03	74.01	66.76	0.87532	19	75.94	75.91	68.87	0.87033
68	74.07	74.05	66.80	0.87522	18	75.97	75.94	68.91	0.87023
67	74.11	74.08	66.84	0.87512	17	76.01	75.98	68.95	0.87013
66	74.15	74.12	66.88	0.87502	16	76.05	76.02	68.99	0.87003
65	74.18	74.16	66.93	0.87492	15	76.09	76.06	69.04	0.86993
64	74.22	74.20	66.97	0.87482	14	76.12	76.09	69.08	0.86983
63	74.26	74.24	67.01	0.87472	13	76.16	76.13	69.12	0.86973
62	74.30	74.27	67.05	0.87462	12	76.20	76.17	69.16	0.86963
61	74.34	74.31	67.09	0.87452	11	76.24	76.20	69.20	0.86953
60	74.38	74.35	67.14	0.87442	10	76.27	76.24	69.24	0.86943
59	74.41	74.39	67.18	0.87432	09	76.31	76.28	69.29	0.86933
58	74.45	74.43	67.22	0.87422	08	76.35	76.32	69.33	0.86923
57	74.49	74.46	67.26	0.87412	07	76.38	76.35	69.37	0.86913
56	74.53	74.50	67.31	0.87402	06	76.42	76.39	69.41	0.86903
55	74.57	74.54	67.35	0.87392	05	76.46	76.43	69.45	0.86893
54	74.51	74.58	67.39	0.87382	04	76.50	76.47	69.50	0.86883
53	74.64	74.62	67.43	0.87372	03	76.53	76.51	69.54	0.86873
52	74.68	74.65	67.48	0.87362	02	76.57	76.54	69.58	0.86863
51	74.72	74.69	67.52	0.87352	01	76.61	76.58	69.62	0.86853
50	74.76	74.73	67.56	0.87343	00	76.65	76.62	69.66	0.86843

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0,8699	76.68	76.66	69.71	0.86833	0,8649	78.53	78.51	71.79	0.86334
98	76.72	76.69	69.75	0.86823	48	78.56	78.54	71.83	0.86324
97	76.76	76.73	69.79	0.86813	47	78.60	78.58	71.88	0.86314
96	76.80	76.77	69.83	0.86803	46	78.64	78.61	71.92	0.86304
95	76.83	76.81	69.87	0.86793	45	78.67	78.65	71.96	0.86294
94	76.87	76.84	69.92	0.86784	44	78.71	78.69	72.00	0.86284
93	76.91	76.88	69.96	0.86774	43	78.74	78.72	72.04	0.86274
92	76.95	76.92	70.00	0.86764	42	78.78	78.76	72.08	0.86264
91	76.98	76.95	70.04	0.86754	41	78.82	78.79	72.13	0.86254
90	77.02	76.99	70.08	0.86744	40	78.85	78.83	72.17	0.86244
89	77.06	77.03	70.13	0.86734	39	78.89	78.87	72.21	0.86234
88	77.09	77.06	70.17	0.86724	38	78.93	78.90	72.25	0.86225
87	77.13	77.10	70.21	0.86714	37	78.96	78.94	72.29	0.86215
86	77.17	77.14	70.25	0.86704	36	79.00	78.98	72.33	0.86205
85	77.20	77.18	70.29	0.86694	35	79.03	79.02	72.37	0.86195
84	77.24	77.21	70.33	0.86684	34	79.07	79.05	72.42	0.86185
83	77.28	77.25	70.38	0.86674	33	79.11	79.09	72.46	0.86175
82	77.32	77.29	70.42	0.86664	32	79.14	79.13	72.50	0.86165
81	77.35	77.32	70.46	0.86654	31	79.18	79.16	72.54	0.86155
80	77.39	77.36	70.50	0.86644	30	79.21	79.20	72.58	0.86145
79	77.43	77.40	70.54	0.86634	29	79.25	79.24	72.62	0.86135
78	77.46	77.43	70.59	0.86624	28	79.29	79.27	72.66	0.86125
77	77.50	77.47	70.63	0.86614	27	79.32	79.31	72.71	0.86115
76	77.54	77.51	70.67	0.86604	26	79.36	79.34	72.75	0.86105
75	77.57	77.55	70.71	0.86594	25	79.39	79.38	72.79	0.86095
74	77.61	77.58	70.75	0.86584	24	79.43	79.42	72.83	0.86085
73	77.65	77.62	70.79	0.86574	23	79.47	79.45	72.87	0.86075
72	77.69	77.66	70.84	0.86564	22	79.50	79.49	72.91	0.86065
71	77.72	77.69	70.88	0.86554	21	79.54	79.52	72.96	0.86055
70	77.76	77.73	70.92	0.86544	20	79.57	79.56	73.00	0.86045

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	77.80	77.77	70.96	0.86534	19	79.61	79.60	73.04	0.86035
68	77.83	77.80	71.00	0.86524	18	79.65	79.63	73.08	0.86025
67	77.87	77.84	71.05	0.86514	17	79.68	79.67	73.12	0.86015
66	77.91	77.88	71.09	0.86504	16	79.72	79.70	73.16	0.86005
65	77.94	77.92	71.13	0.86494	15	79.75	79.74	73.20	0.85995
64	77.98	77.95	71.17	0.86484	14	79.79	79.78	73.25	0.85985
63	78.02	77.99	71.21	0.86474	13	79.83	79.81	73.29	0.85975
62	78.05	78.03	71.25	0.86464	12	79.86	79.85	73.33	0.85965
61	78.09	78.06	71.30	0.86454	11	79.90	79.88	73.37	0.85955
60	78.13	78.10	71.34	0.86444	10	79.93	79.92	73.41	0.85945
59	78.16	78.14	71.38	0.86434	09	79.97	79.96	73.45	0.85935
58	78.20	78.17	71.42	0.86424	08	80.01	79.99	73.50	0.85925
57	78.24	78.21	71.46	0.86414	07	80.04	80.03	73.54	0.85915
56	78.27	78.25	71.50	0.86404	06	80.08	80.06	73.58	0.85905
55	78.31	78.29	71.54	0.86394	05	80.11	80.10	73.62	0.85895
54	78.34	78.32	71.59	0.86384	04	80.15	80.14	73.66	0.85885
53	78.38	78.36	71.63	0.86374	03	80.19	80.17	73.70	0.85875
52	78.42	78.40	71.67	0.86364	02	80.22	80.21	73.74	0.85865
51	78.45	78.43	71.71	0.85354	01	80.26	80.24	73.78	0.85855
50	78.49	78.47	71.75	0.86344	00	80.29	80.28	73.83	0.85845

$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0,8599	80.33	80.32	73.87	0.85835	0.8549	82.09	82.09	75.93	0.85336
98	80.36	80.35	73.91	0.85825	48	82.12	82.12	75.97	0.85326
97	80.40	80.39	73.95	0.85815	47	82.16	82.16	76.01	0.85315
96	80.43	80.42	73.99	0.85805	46	82.19	82.19	76.05	0.85306
95	80.47	80.46	74.03	0.85795	45	82.23	82.23	76.09	0.85296
94	80.51	80.50	74.07	0.85785	44	82.26	82.26	76.14	0.85286
93	80.54	80.53	74.12	0.85775	43	82.30	82.30	76.18	0.85276
92	80.58	80.57	74.16	0.85765	42	82.33	82.33	76.22	0.85266
91	80.61	80.60	74.20	0.85755	41	82.37	82.37	76.26	0.85256
90	80.65	80.64	74.24	0.85745	40	82.40	82.40	76.30	0.85246
89	80.68	80.68	74.28	0.85735	39	82.44	82.43	76.34	0.85236
88	80.72	80.71	74.32	0.85725	38	82.47	82.47	76.38	0.85226
87	80.76	80.75	74.36	0.85715	37	82.51	82.50	76.42	0.85216
86	80.79	80.78	74.41	0.85705	36	82.54	82.54	76.46	0.85206
85	80.83	80.82	74.45	0.85695	35	82.58	82.57	76.51	0.85196
84	80.86	80.85	74.49	0.85685	34	82.61	82.60	76.55	0.85186
83	80.90	80.89	74.53	0.85676	33	82.65	82.64	76.59	0.85176
82	80.93	80.92	74.57	0.85666	32	82.68	82.67	76.63	0.85166
81	80.97	80.96	74.61	0.85656	31	82.72	82.71	76.67	0.85156
80	81.01	80.99	74.66	0.85646	30	82.75	82.74	76.71	0.85146
79	81.04	81.03	74.70	0.85636	29	82.79	82.77	76.75	0.85136
78	81.08	81.05	74.74	0.85626	28	82.82	82.81	76.79	0.85126
77	81.11	81.10	74.78	0.85616	27	82.86	82.84	76.84	0.85117
76	81.15	81.13	74.82	0.85606	26	82.89	82.88	76.88	0.85107
75	81.18	81.17	74.86	0.85596	25	82.92	82.91	76.92	0.85097
74	81.22	81.21	74.90	0.85586	24	82.96	82.94	76.96	0.85087
73	81.25	81.24	74.94	0.85576	23	82.99	82.98	77.00	0.85077
72	81.29	81.28	74.98	0.85566	22	83.03	83.01	77.04	0.85067
71	81.32	81.31	75.02	0.85556	21	83.06	83.05	77.08	0.85057
70	81.36	81.35	75.07	0.85546	20	83.10	83.08	77.12	0.85047

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	81.39	81.40	75.11	0.85536	19	83.13	83.12	77.16	0.85037
68	81.43	81.42	75.15	0.85526	18	83.17	83.15	77.20	0.85027
67	81.46	81.46	75.19	0.85516	17	83.20	83.19	77.25	0.85017
66	81.50	81.49	75.23	0.85506	16	83.23	83.22	77.29	0.85007
65	81.53	81.53	75.27	0.85496	15	83.27	83.26	77.33	0.84997
64	81.57	81.56	75.31	0.85486	14	83.30	83.29	77.37	0.84987
63	81.60	81.60	75.35	0.85476	13	83.34	83.33	77.41	0.84977
62	81.64	81.63	75.39	0.85466	12	83.37	83.36	77.45	0.84967
61	81.67	81.67	75.44	0.85456	11	83.40	83.40	77.49	0.84957
60	81.71	81.70	75.48	0.85446	10	83.44	83.43	77.53	0.84947
59	81.74	81.74	75.52	0.85436	09	83.47	83.46	77.57	0.84937
58	81.78	81.77	75.55	0.85426	08	83.51	83.50	77.61	0.84927
57	81.81	81.81	75.60	0.85416	07	83.54	83.53	77.65	0.84917
56	81.85	81.84	75.64	0.85406	06	83.58	83.57	77.69	0.84907
55	81.88	81.88	75.68	0.85396	05	83.61	83.60	77.74	0.84897
54	81.92	81.91	75.72	0.85386	04	83.64	83.63	77.78	0.84887
53	81.95	81.95	75.77	0.85376	03	83.68	83.67	77.82	0.84877
52	81.99	81.98	75.81	0.85366	02	83.71	83.70	77.86	0.84867
51	82.02	82.02	75.85	0.85356	01	83.75	83.74	77.90	0.84857
50	82.06	82.05	75.89	0.85346	00	83.78	83.77	77.94	0.84847

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0,8499	83.82	83.80	77.98	0.84837	0.8449	85.50	85.48	80.02	0.84338
98	83.85	83.84	78.02	0.84827	48	85.53	85.52	80.06	0.84328
97	83.88	83.87	78.06	0.84817	47	85.56	85.55	80.10	0.84318
96	83.92	83.91	78.10	0.84807	46	85.60	85.58	80.14	0.84308
95	83.95	83.94	78.15	0.84797	45	85.63	85.62	80.18	0.84298
94	83.99	83.97	78.19	0.84787	44	85.66	85.65	80.22	0.84288
93	84.02	84.01	78.23	0.84777	43	85.70	85.68	80.26	0.84278
92	84.05	84.04	78.27	0.84767	42	85.73	85.71	80.30	0.84268
91	84.09	84.08	78.31	0.84757	41	85.76	85.75	80.34	0.84258
90	84.12	84.11	78.35	0.84747	40	85.80	85.78	80.38	0.84248
89	84.16	84.14	78.39	0.84737	39	85.83	85.81	80.42	0.84238
88	84.19	84.18	78.43	0.84727	38	85.86	85.85	80.46	0.84228
87	84.22	84.21	78.47	0.84717	37	85.90	85.88	80.51	0.84218
86	84.26	84.24	78.51	0.84707	36	85.93	85.91	80.55	0.84208
85	84.29	84.28	78.55	0.84697	35	85.96	85.95	80.59	0.84198
84	84.32	84.31	78.59	0.84687	34	86.00	85.98	80.63	0.84188
83	84.36	84.34	78.63	0.84677	33	86.03	86.01	80.67	0.84178
82	84.39	84.37	78.68	0.84667	32	86.06	86.04	80.71	0.84168
81	84.43	84.41	78.72	0.84657	31	86.09	86.08	80.75	0.84158
80	84.46	84.44	78.76	0.84647	30	86.13	86.11	80.79	0.84148
79	84.49	84.47	78.80	0.84637	29	86.16	86.14	80.83	0.84138
78	84.53	84.51	78.84	0.84627	28	86.19	86.17	80.87	0.84128
77	84.56	84.54	78.88	0.84617	27	86.22	86.21	80.91	0.84118
76	84.60	84.58	78.92	0.84607	26	86.26	86.24	80.95	0.84108
75	84.63	84.61	78.96	0.84597	25	86.29	86.27	80.99	0.84098
74	84.66	84.64	79.00	0.84587	24	86.32	86.30	81.03	0.84088
73	84.70	84.68	79.04	0.84577	23	86.35	86.33	81.07	0.84078
72	84.73	84.71	79.08	0.84568	22	86.39	86.37	81.11	0.84068
71	84.76	84.75	79.13	0.84558	21	86.42	86.40	81.15	0.84058
70	84.80	84.78	79.17	0.84548	20	86.45	86.43	81.19	0.84048
69	84.83	84.81	79.21	0.84538	19	86.48	86.46	81.23	0.84038

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
68	84.87	84.85	79.25	0.84528	18	86.51	86.50	81.27	0.84028
67	84.90	84.88	79.29	0.84518	17	86.55	86.53	81.31	0.84018
66	84.93	84.91	79.33	0.84508	16	86.58	86.56	81.35	0.84009
65	84.97	84.95	79.37	0.84498	15	86.61	86.60	81.39	0.83999
64	85.00	84.98	79.41	0.84488	14	86.64	86.63	81.43	0.83989
63	85.03	85.01	79.45	0.84478	13	86.68	86.66	81.47	0.83979
62	85.07	85.04	79.49	0.84468	12	86.71	86.69	81.51	0.83969
61	85.10	85.08	79.53	0.84458	11	86.74	86.73	81.55	0.83959
60	85.13	85.11	79.57	0.84448	10	86.77	86.76	81.59	0.83949
59	85.17	85.14	79.61	0.84438	09	86.81	86.79	81.63	0.83939
58	85.20	85.18	79.65	0.84428	08	86.84	86.83	81.67	0.83929
57	85.23	85.21	79.69	0.84413	07	86.87	86.86	81.71	0.83919
56	85.27	85.25	79.73	0.84408	06	86.90	86.89	81.75	0.83909
55	85.30	85.28	79.78	0.84398	05	86.94	86.93	81.79	0.83899
54	85.33	85.31	79.82	0.84388	04	86.97	86.96	81.83	0.83889
53	85.37	85.35	79.86	0.84378	03	87.00	86.99	81.87	0.83879
52	85.40	85.38	79.90	0.84368	02	87.03	87.02	81.91	0.83869
51	85.43	85.42	79.94	0.84358	01	87.06	87.06	81.95	0.83859
50	85.47	85.45	79.98	0.84348	00	87.10	87.09	81.99	0.83849

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m	
0,8399	87.13	87.12	82.03	0.83839	0.8349	88.71	88.71	84.02	0.83340
98	87.16	87.15	82.07	0.83829	48	88.75	88.74	84.06	0.83330
97	87.19	87.19	82.11	0.83819	47	88.78	88.77	84.10	0.83320
96	87.22	87.22	82.15	0.83809	46	88.81	88.80	84.14	0.83310
95	87.26	87.25	82.19	0,83799	45	88.84	88.84	84.18	0.83300
94	87.29	87.28	82.23	0.83789	44	88.87	88.87	84.22	0.83290
93	87.32	87.31	82.27	0.83779	43	88.90	88.90	84.26	0.83280
92	87.35	87.35	82.31	0.83769	42	88.93	88.93	84.30	0.83270
91	87.38	87.38	82.35	0.83759	41	88.97	88.96	84.34	0.83260
90	87.42	87.41	82.39	0.83749	40	89.00	88.99	84.38	0.83250
89	87.45	87.44	82.43	0.83739	39	89.03	89.02	84.42	0.83240
88	87.48	87.47	82.47	0.83729	38	89.06	89.05	84.46	0.83230
87	87.51	87.51	82.51	0.83719	37	89.09	89.08	84.50	0.83220
86	87.54	87.54	82.55	0.83709	36	89.12	89.11	84.54	0.83210
85	87.57	87.57	82.59	0.83699	35	89.15	89.15	84.58	0.83200
84	87.61	87.60	82.63	0.83689	34	89.18	89.18	84.62	0.83190
83	87.64	87.63	82.67	0.83679	33	89.21	89.21	84.66	0.83180
82	87.67	87.67	82.71	0.83669	32	89.24	89.24	84.69	0.83170
81	87.70	87.70	82.75	0.83659	31	89.27	89.27	84.73	0.83160
80	87.73	87.73	82.79	0.83649	30	89.30	89.30	84.77	0.83150
79	87.77	87.76	82.83	0.83639	29	89.33	89.33	84.81	0.83140
78	87.80	87.79	82.87	0.83629	28	89.36	89.36	84.85	0.83130
77	87.83	87.83	82.91	0.83619	27	89.40	89.39	84.89	0.83120
76	87.86	87.86	82.95	0.83609	26	89.43	89.42	84.93	0.83110
75	87.89	87.89	82.99	0.83599	25	89.46	89.46	84.97	0.83100
74	87.93	87.92	83.03	0.83589	24	89.49	89.49	85.01	0.83090
73	87.96	87.95	83.07	0.83579	23	89.52	89.52	85.05	0.83080
72	87.99	87.99	83.11	0.83569	22	89.55	89.55	85.09	0.83070
71	88.02	88.02	83.15	0.83559	21	89.58	89.58	85.13	0.83060
70	88.05	88.05	83.19	0.83549	20	89.61	89.61	85.17	0.83050

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m	
69	88.08	88.08	83.23	0.83539	19	89.64	89.64	85.21	0.83040
68	88.12	88.11	83.27	0.83529	18	89.67	89.67	85.24	0.83030
67	88.15	88.14	83.31	0.83519	17	89.70	89.70	85.28	0.83020
66	88.18	88.17	83.35	0.83509	16	89.73	89.73	85.32	0.83010
65	88.21	88.21	83.38	0.83499	15	89.76	89.76	85.36	0.83000
64	88.24	88.24	83.42	0.83489	14	89.79	89.79	85.40	0.82990
63	88.27	88.27	83.46	0.83479	13	89.82	89.82	85.44	0.82980
62	88.30	88.30	83.50	0.83469	12	89.85	89.85	85.48	0.82970
61	88.34	88.33	83.54	0.83460	11	89.89	89.88	85.52	0.82960
60	88.37	88.36	83.58	0.83450	10	89.92	89.91	85.55	0.82950
59	88.40	88.39	83.62	0.83440	09	89.95	89.94	85.60	0.82940
58	88.43	88.42	83.66	0.83430	08	89.98	89.97	85.64	0.82930
57	88.46	88.46	83.70	0.83420	07	90.01	90.00	85.68	0.82920
56	88.49	88.49	83.74	0.83410	06	90.04	90.03	85.72	0.82910
55	88.52	88.52	83.78	0.83400	05	90.07	90.06	85.76	0.82901
54	88.56	88.55	83.82	0.83390	04	90.10	90.09	85.79	0.82891
53	88.59	88.58	83.86	0.83380	03	90.13	90.12	85.83	0.82881
52	88.62	88.62	83.90	0.83370	02	90.16	90.15	85.87	0.82871
51	88.65	88.65	83.94	0.83360	01	90.19	90.18	85.91	0.82861
50	88.68	88.68	83.98	0.83350	00	90.22	90.21	85.95	0.82851

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.8299	90.25	90.24	85.99	0.82841	0.8249	91.72	91.71	87.92	0.82342
98	90.28	90.27	86.03	0.82831	48	91.75	91.74	87.96	0.82332
97	90.31	90.30	86.07	0.82821	47	91.77	91.77	88.00	0.82322
96	90.34	90.33	86.10	0.82811	46	91.80	91.80	88.03	0.82312
95	90.37	90.36	86.14	0.82801	45	91.83	91.83	88.07	0.82302
94	90.39	90.39	86.18	0.82791	44	91.86	91.85	88.11	0.82292
93	90.42	90.42	86.22	0.82731	43	91.89	91.88	88.15	0.82282
92	90.45	90.45	86.26	0.82771	42	91.92	91.91	88.19	0.82272
91	90.48	90.48	86.30	0.82761	41	91.95	91.94	88.23	0.82262
90	90.51	90.51	86.34	0.82751	40	91.98	91.97	88.27	0.82252
89	90.54	90.54	86.38	0.82741	39	92.01	92.00	88.30	0.82242
88	90.57	90.57	86.41	0.82731	38	92.03	92.03	88.34	0.82232
87	90.60	90.60	86.45	0.82721	37	92.06	92.06	88.38	0.82222
86	90.63	90.63	86.49	0.82711	36	92.09	92.09	88.42	0.82212
85	90.66	90.66	86.53	0.82701	35	92.12	92.12	88.46	0.82202
84	90.69	90.69	86.57	0.82691	34	92.15	92.14	88.49	0.82192
83	90.72	90.72	86.61	0.82581	33	92.18	92.17	88.53	0.82182
82	90.75	90.75	86.65	0.82671	32	92.20	92.20	88.57	0.82172
81	90.78	90.78	86.69	0.82661	31	92.23	92.23	88.61	0.82162
80	90.81	90.81	86.73	0.82651	30	92.26	92.26	88.64	0.82152
79	90.84	90.84	86.76	0.82641	29	92.29	92.29	88.68	0.82142
78	90.87	90.87	86.80	0.82631	28	92.32	92.32	88.72	0.82132
77	90.90	90.90	86.84	0.82621	27	92.35	92.35	88.76	0.82122
76	90.93	90.93	86.88	0.82611	26	92.37	92.38	88.80	0.82112
75	90.96	90.96	86.92	0.82601	25	92.40	92.41	88.83	0.82102
74	90.99	90.98	86.96	0.82591	24	92.43	92.43	88.87	0.82092
73	91.02	91.01	87.00	0.82581	23	92.46	92.46	88.91	0.82082
72	91.05	91.04	87.04	0.82571	22	92.49	92.49	88.95	0.82072
71	91.08	91.07	87.07	0.82561	21	92.52	92.52	88.99	0.82062
70	91.11	91.10	87.11	0.82551	20	92.54	92.55	89.02	0.82052

$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	$D, \frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	91.14	91.13	87.15	0.82541	19	92.57	92.58	89.06	0.82042
68	91.17	91.16	87.19	0.82531	18	92.60	92.61	89.10	0.82032
67	91.19	91.19	87.23	0.82521	17	92.63	92.64	89.14	0.82022
66	91.22	91.22	87.27	0.82511	16	92.66	92.67	89.18	0.82012
65	91.25	91.25	87.30	0.82501	15	92.69	92.70	89.22	0.82002
64	91.28	91.27	87.34	0.82491	14	92.71	92.72	89.25	0.81992
63	91.31	91.30	87.38	0.82481	13	92.74	92.75	89.29	0.81982
62	91.34	91.33	87.42	0.82471	12	92.77	92.78	89.33	0.81972
61	91.37	91.36	87.46	0.82461	11	92.80	92.81	89.37	0.81962
60	91.40	91.39	87.50	0.82451	10	92.83	92.84	89.41	0.81952
59	91.43	91.42	87.53	0.82441	09	92.85	92.87	89.44	0.81942
58	91.46	91.45	87.57	0.82431	08	92.88	92.90	89.48	0.81932
57	91.48	91.48	87.61	0.82421	07	92.91	92.92	89.52	0.81922
56	91.51	91.51	87.65	0.82411	06	92.94	92.95	89.56	0.81912
55	91.54	91.54	87.69	0.82401	05	92.97	92.98	89.60	0.81902
54	91.57	91.56	87.73	0.82391	04	93.00	93.01	89.63	0.81892
53	91.60	91.59	87.76	0.82381	03	93.02	93.04	89.67	0.81882
52	91.63	91.62	87.80	0.82371	02	93.05	93.06	89.71	0.81872
51	91.66	91.65	87.84	0.82361	01	93.08	93.09	89.75	0.81862
50	91.69	91.68	87.88	0.82352	00	93.11	93.12	89.78	0.81852

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0,8199	93.13	93.15	89.82	0.81842	0.8149	94.47	94.50	91.67	0.81343
98	93.16	93.18	89.86	0.81832	48	94.50	94.52	91.71	0.81333
97	93.19	93.20	89.89	0.81822	47	94.53	94.55	91.75	0.81323
96	93.21	93.23	89.93	0.81812	46	94.55	94.57	91.78	0.81313
95	93.24	93.26	89.97	0.81802	45	94.58	94.60	91.82	0.81303
94	93.27	93.29	90.01	0.31793	44	94.60	94.53	91.86	0.81293
93	93.30	93.32	90.04	0.81783	43	94.63	94.65	91.59	0.81283
92	93.32	93.34	90.08	0.81773	42	94.66	94.68	91.93	0.81273
91	93.35	93.37	90.12	0.81763	41	94.68	94.70	91.97	0.81263
90	93.38	93.40	90.16	0.81753	40	94.71	94.73	92.00	0.81253
89	93.40	93.43	90.19	0.81743	39	94.73	94.76	92.04	0.81243
88	93.43	93.46	90.23	0.81733	38	94.76	94.78	92.08	0.81234
87	93.46	93.48	90.27	0.81723	37	94.79	94.81	92.11	0.81224
86	93.49	93.51	90.30	0.81713	36	94.81	94.83	92.15	0.81214
85	93.51	93.54	90.34	0.81703	35	94.84	94.86	92.19	0.81204
84	93.54	93.57	90.38	0.81693	34	94.86	94.39	92.22	0.81194
83	93.57	93.60	90.42	0.81683	33	94.89	94.91	92.26	0.81184
82	93.59	93.62	90.45	0.81673	32	94.92	94.94	92.30	0.81174
81	93.62	93.65	90.49	0.81663	31	94.94	94.96	92.33	0.81164
80	93.65	93.68	90.53	0.81653	30	94.97	94.99	92.37	0.81154
79	93.68	93.71	90.57	0.81643	29	95.00	95.02	92.41	0.81144
78	93.70	93.73	90.60	0.81633	28	95.02	95.04	92.44	0.81134
77	93.73	93.76	90.64	0.81623	27	95.05	95.07	92.48	0.81124
76	93.76	93.79	90.68	0.81613	26	95.07	95.09	92.51	0.81114
75	93.79	93.82	90.72	0.81603	25	95.10	95.12	92.55	0.81104
74	93.81	93.34	90.75	0.81593	24	95.12	95.15	92.59	0.81094
73	93.84	93.87	90.79	0.81583	23	95.15	95.17	92.62	0.81084
72	93.87	93.90	90.83	0.81573	22	95.17	95.20	92.66	0.81074
71	93.89	93.92	90.87	0.81563	21	95.20	95.22	92.69	0.81064
70	93.92	93.95	90.90	0.81553	20	95.22	95.25	92.73	0.81054

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	93.95	93.98	90.94	0.81543	19	95.25	95.28	92.77	0.81044
68	93.98	94.00	90.98	0.81533	18	95.27	95.30	92.80	0.81034
67	94.00	94.03	91.02	0.81523	17	95.30	95.33	92.84	0.81024
66	94.03	94.05	91.05	0.81513	16	95.32	95.35	92.87	0.81014
65	94.05	94.08	91.09	0.81503	15	95.35	95.38	92.91	0.81004
64	94.08	94.11	91.12	0.81493	14	95.37	95.40	92.95	0.80994
63	94.11	94.13	91.16	0.81483	13	95.40	95.43	92.98	0.80984
62	94.13	94.16	91.20	0.81473	12	95.43	95.45	93.02	0.80974
61	94.16	94.18	91.23	0.81463	11	95.45	95.48	93.06	0.80964
60	94.19	94.21	91.27	0.81453	10	95.48	95.50	93.09	0.80954
59	94.21	94.24	91.31	0.81443	09	95.50	95.53	93.13	0.80944
58	94.24	94.26	91.34	0.81433	08	95.53	95.55	93.16	0.80934
57	94.25	94.29	91.38	0.81423	07	95.55	95.58	93.20	0.80924
56	94.29	94.31	91.42	0.81413	06	95.58	95.60	93.24	0.80914
55	94.32	94.34	91.45	0.81403	05	95.60	95.63	93.27	0.80904
54	94.34	94.37	91.49	0.81393	04	95.63	95.65	93.31	0.80894
53	94.37	94.39	91.53	0.81383	03	95.65	95.68	93.34	0.80884
52	94.39	94.42	91.56	0.81373	02	95.68	95.70	93.38	0.80374
51	54.42	94.44	91.60	0.81363	01	95.70	95.73	93.42	0.80864
50	94.45	94.47	91.64	0.81353	00	95.73	95.75	93.45	0.80854

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.8099	95.75	95.78	93.49	0.80844	0,8049	96.97	96.99	95.27	0.80345
98	95.78	95.80	93.53	0.80834	48	97.00	97.02	95.30	0.80335
97	95.80	95.83	93.56	0.80824	47	97.02	97.04	95.34	0.80325
96	95.83	95.85	93.60	0.80814	46	97.04	97.07	95.37	0.80315
95	95.85	95.88	93.63	0.80804	45	97.07	97.09	95.41	0.80305
94	95.88	95.90	93.67	0.80794	44	97.09	97.11	95.44	0.80295
93	95.91	95.93	93.71	0.80784	43	97.11	97.14	95.48	0.80285
92	95.93	95.95	93.74	0.80774	42	97.13	97.16	95.51	0.80275
91	95.96	95.98	93.78	0.80764	41	97.16	97.19	95.54	0.80255
90	95.98	96.00	93.82	0.80754	40	97.18	97.21	95.58	0.80255
89	96.01	96.03	93.85	0.80744	39	97.20	97.23	95.61	0.80245
88	96.03	96.05	93.89	0.80734	38	97.23	97.25	95.65	0.80235
87	96.05	96.08	93.92	0.80724	37	97.25	97.28	95.68	0.80225
86	96.08	96.10	93.96	0.80714	36	97.27	97.30	95.72	0.80215
85	96.10	96.13	93.99	0.80704	35	97.30	97.32	95.75	0.80205
84	96.13	96.15	94.03	0.80694	34	97.32	97.34	95.78	0.80195
83	96.15	96.18	94.06	0.80685	33	97.34	97.36	95.82	0.80185
82	96.18	96.20	94.10	0.80675	32	97.36	97.39	95.85	0.80175
81	96.20	96.23	94.13	0.80665	31	97.39	97.41	95.89	0.80165
80	96.22	96.25	94.17	0.80655	30	97.41	97.43	95.92	0.80155
79	96.25	96.27	94.20	0.80645	29	97.43	97.45	95.96	0.80145
78	96.27	96.30	94.24	0.80635	28	97.46	97.48	95.99	0.80135
77	96.30	96.32	94.27	0.80625	27	97.48	97.50	96.03	0.80126
76	96.32	96.35	94.31	0.80615	26	97.50	97.52	96.05	0.80116
75	96.34	96.37	94.35	0.80605	25	97.52	97.55	96.10	0.80106
74	96.37	96.39	94.38	0.80595	24	97.55	97.57	96.13	0.80096
73	96.39	96.42	94.42	0.80585	23	97.57	97.59	96.16	0.80086
72	96.42	96.44	94.45	0.80575	22	97.59	97.61	96.20	0.80076
71	96.44	96.47	94.49	0.80565	21	97.62	97.64	96.23	0.80066
70	96.47	95.49	94.52	0.80555	20	97.64	97.66	96.27	0.80056

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	96.49	96.51	94.56	0.80545	19	97.66	97.68	96.30	0.80046
68	96.51	96.54	94.59	0.80535	18	97.68	97.70	96.34	0.80036
67	96.54	96.56	94.63	0.80525	17	97.71	97.73	96.37	0.80026
66	96.56	96.59	94.66	0.80515	16	97.73	97.75	96.41	0.80016
65	96.59	96.61	94.70	0.80505	15	97.75	97.77	96.44	0.80006
64	96.61	96.63	94.73	0.80495	14	97.78	97.79	96.48	0.79996
63	96.63	96.66	94.77	0.80485	13	97.80	97.81	96.51	0.79986
62	96.65	96.68	94.81	0.80475	12	97.82	97.84	96.54	0.79976
61	96.68	96.71	94.84	0.80465	11	97.84	97.86	96.58	0.79966
60	96.71	96.73	94.88	0.80455	10	97.87	97.88	96.61	0.79956
59	96.73	96.75	94.91	0.80445	09	97.89	97.90	96.65	0.79946
58	96.76	96.78	94.95	0.80435	08	97.91	97.92	96.68	0.79936
57	96.78	96.80	94.98	0.80425	07	97.94	97.95	95.72	0.79926
56	96.80	96.83	95.02	0.80415	06	97.96	97.97	96.75	0.79916
55	96.83	96.85	95.05	0.80405	05	97.98	97.99	96.79	0.79906
54	96.85	96.87	95.09	0.80395	04	98.00	98.01	96.52	0.79596
53	96.88	96.90	95.13	0.80385	03	98.03	98.03	96.86	0.79886
52	96.90	96.92	95.16	0.80375	02	98.05	98.06	95.89	0.79876
51	96.92	96.95	95.20	0.80365	01	98.07	98.08	96.92	0.79866
50	96.95	96.97	95.23	0.80355	00	98.09	98.10	96.95	0.79856

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
0.7999	98.11	98.12	96.99	0.79846	0,7949	99.17	99.21	98.65	0.79347
98	98.13	98.14	97.02	0.79836	48	99.19	99.23	98.68	0.79337
97	98.15	98.17	97.05	0.79826	47	99.21	99.25	98.71	0.79327
96	98.18	98.19	97.09	0.79816	46	99.23	99.27	98.75	0.79317
95	98.20	98.21	97.12	0.79806	45	99.25	99.29	98.78	0.79307
94	98.22	98.23	97.15	0.79796	44	99.27	99.31	98.81	0.79297
93	98.24	98.25	97.19	0.79786	43	99.29	99.33	98.84	0.79287
92	98.26	98.28	97.22	0.79776	42	99.31	99.35	98.87	0.79277
91	98.28	98.30	97.25	0.79766	41	99.33	99.37	98.91	0.79267
90	98.30	98.32	97.29	0.79756	40	99.35	99.39	98.94	0.79257
89	98.32	98.34	97.32	0.79746	39	99.37	99.41	98.97	0.79247
88	98.35	98.36	97.35	0.79736	38	99.39	99.43	99.00	0.79237
87	98.37	98.39	97.39	0.79726	37	99.41	99.45	99.04	0.79227
86	98.39	98.41	97.42	0.79716	36	99.43	99.47	99.07	0.79217
85	98.41	98.43	97.45	0.79706	35	99.45	99.49	99.10	0.79207
84	98.43	98.45	97.49	0.79696	34	99.47	99.51	99.13	0.79197
83	98.45	98.47	97.52	0.79686	33	99.49	99.53	99.17	0.79187
82	98.47	98.50	97.55	0.79676	32	99.51	99.55	99.20	0.79177
81	98.49	98.52	97.59	0.79666	31	99.53	99.57	99.23	0.79167
80	98.52	98.54	97.62	0.79656	30	99.55	99.59	99.26	0.79157
79	98.54	98.56	97.65	0.79646	29	99.57	99.61	99.30	0.79147
78	98.56	98.58	97.69	0.79636	28	99.59	99.63	99.33	0.79137
77	98.58	98.61	97.72	0.79626	27	99.61	99.65	99.36	0.79127
76	98.60	98.63	97.75	0.79616	26	99.63	99.67	99.39	0.79117
75	98.62	98.65	97.79	0.79606	25	99.65	99.69	99.43	0.79107
74	98.64	98.67	97.82	0.79596	24	99.67	99.71	99.46	0.79097
73	98.67	98.69	97.85	0.79586	23	99.69	99.73	99.49	0.79087
72	98.69	98.72	97.89	0.79577	22	99.71	99.75	99.52	0.79077
71	98.71	98.74	97.92	0.79567	21	99.73	99.77	99.56	0.79067
70	98.73	98.76	97.95	0.79557	20	99.75	99.79	99.59	0.79057

D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V	D, $\frac{20^\circ}{20^\circ}$ relativna gostota	Delež alkohola			ρ 20° C absolutna gostota m/V
	po Osbornu % V/V	po Reichartu % V/V	po Osbornu m/m			po Osbornu % V/V	po Reichart u% V/V	po Osbornu m/m	
69	98.75	98.78	97.99	0.79547	19	99.77	99.81	99.62	0.79047
68	98.77	98.80	98.02	0.79537	18	99.79	99.83	99.66	0.79037
67	98.79	98.83	98.05	0.79527	17	99.81	99.85	99.69	0.79027
66	98.81	98.85	98.09	0.79517	16	99.83	99.87	99.72	0.79018
65	98.84	98.87	98.12	0.79507	15	99.85	99.89	99.75	0.79008
64	98.86	98.89	98.16	0.79497	14	99.87	99.90	99.79	0.78998
63	98.88	98.91	98.19	0.79487	13	99.89	99.92	99.82	0.78988
62	98.90	98.94	98.22	0.79477	12	99.91	99.94	99.85	0.78978
61	98.92	98.96	98.26	0.79467	11	99.93	99.96	99.88	0.78968
60	98.94	98.98	98.29	0.79457	10	99.95	99.98	99.92	0.78958
59	98.96	99.00	98.32	0.79447	09	99.97	99.98	99.95	0.78948
58	98.99	99.02	98.36	0.79437	08	99.99	99.98	99.98	0.78938
57	99.01	99.04	98.39	0.79427	07	100.00	99.99	100.00	0.78932
56	99.03	99.06	98.42	0.79417					
55	99.05	99.09	98.45	0.79407					
54	99.07	99.11	98.49	0.79397					
53	99.09	99.13	98.52	0.79387					
52	99.11	99.15	98.55	0.79377					
51	99.13	99.17	98.58	0.79367					
50	99.15	99.19	98.62	0.79357					

METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE JAJC IN JAJČNIH IZDELKOV

1. METODE VZORČENJA JAJC IN JAJČNIH IZDELKOV

Vzorci jajc in jajčnih izdelkov mora jemati uradna oseba.

Vzorci jajc in jajčnih izdelkov se jemljejo:

- v proizvodnji - iz proizvodne partije ali njenega dela,
- v prometu - iz embalažnih enot.

Vzorci se morajo v proizvodnji in prometu jemati na enak način, tako da je kot vzorec lahko izbrana vsaka enota izdelka.

Vzorec jajc in jajčnih izdelkov mora predstavljati povprečno sestavo celotne količine izdelkov, od katere je bil vzet.

S proizvodno partijo jajc in jajčnih izdelkov je mišljena ustrezna količina jajc ali jajčnih izdelkov, izdelana pod enakimi pogoji (za jajčne izdelke pa tudi po isti tehnologiji) in pakirana v embalažne enote določene mase, prostornine ali števila, tako da je kot vzorec za analizo lahko izbrana vsaka enota pakiranja jajc ali jajčnih izdelkov.

Vzorec jajc in jajčnih izdelkov sestavljata najmanj dva primerka, vzeta posamično, ki morata biti identična po sestavi, približno enaka po masi ali številu enot in vzeta v količini, ki zadostuje za potrebne analize.

Število vzorcev je odvisno od vrste izdelka, mase oziroma števila enot v embalažni enoti pakiranja ter od proizvedene količine oziroma pošiljke; izloči se na podlagi tabele 1.

Tabela 1. Določanje števila vzorcev za preskus kakovosti jajc in jajčnih izdelkov

Jajca in jajčni izdelki	Količina, od katere se vzame število vzorcev	Število vzorcev
Jajca v lupini	- do 2000 posamičnih pakiranj	5
	- za vsakih nadaljnjih 1000 pakiranj še po	1
Jajčni izdelki		
Tekoči, zamrznjeni in posušeni jajčni izdelki (melanž, rumenjak in beljak)	- do 1000 kg	2
	- od 1000 do 5000 kg	4
	- za vsakih nadaljnjih 100 kg še po	1
Kuhani jajčni izdelki (kuhana jajca na meter)	Proizvodna partija	
	- pošiljka do 100 kg	1
	- od 101 do 500 kg	3
	- za vsakih nadaljnjih 100 kg še po	1

Najmanjše količine vzorcev jajc in jajčnih izdelkov, ki se uporabljajo za preverjanje kakovosti, morajo biti: za jajca v lupini I., II. in III. kakovosti najmanj 500 g, za posušene, ohlajene in zamrznjene jajčne izdelke najmanj 200 g, za kuhane jajčne izdelke (jajca na meter) pa najmanj 200 g.

Pri jemanju vzorcev jajc in jajčnih izdelkov mora uradna oseba, ki jemlje vzorce, sestaviti zapisnik, v katerega vpiše vse podatke, pomembne za rezultat: kraj, datum in čas vzorčenja, pogoje za hrambo, vrsto in količino izdelka, od katerega vzame vzorce, oznako za identifikacijo vzorcev in količino vzorcev, ki se pošiljajo na analizo. Zapisnik podpišeta uradna oseba in stranka.

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE JAJC IN JAJČNIH IZDELKOV

2.1 Splošno

Reagenti, ki se uporabljajo za fizikalno-kemijske analize jajc in jajčnih izdelkov, morajo imeti analitično čistočo p.a., voda pa mora biti destilirana.

2.2 Fizikalno-kemijske analize

2.2.1 Preskušanje kakovosti jajc v lupini

Kakovost jajc v lupini ugotavljamo z naslednjimi fizikalnimi metodami:

- s presvetljevanjem,
- z merilnimi inštrumenti,
- organoleptično.

S presvetljevanjem jajc v lupini ugotavljamo obliko, gibljivost, videz in položaj rumenjaka, splošen videz oziroma prozornost in kompaktnost beljaka, navzočnost tujih snovi in krvavih madežev v notranjosti ter navzočnost in razvitost zarodka, velikost zračnega prostora in razpoke jajčne lupine.

Velikost zračnega prostora določamo med presvetljevanjem z merilnim instrumentom (kovinskim ali plastičnim) z milimetrsko razdelbo.

Jajca v lupini presvetljujemo v zatemnjenem prostoru ali mračni komori z ovoskopom (svetilko za presvetljevanje). Maso jajca v lupini in vsebino jajca po odstranitvi lupine določimo s tehtanjem na precizni tehtnici z natančnostjo $\pm 0,01$ g.

Zunanji videz, umazanost in deformacijo lupine določimo organoleptično - z adspekcijo.

Splošen videz, barvo in vonj vsebine jajca v lupini določimo organoleptično, in sicer tako, da jajce ubijemo v čisto posodo z ravnim dnom in svetlo površino.

Vsebino beljaka in rumenjaka ocenimo pri dnevni svetlobi.

Vonj tekočega beljaka in rumenjaka preskusimo z vohom. Če sumimo, da se okus in vonj razlikujeta od specifične kakovosti, ju lahko preskusimo s poskusom kuhanja ali poskusom pečenja:

a) poskus kuhanja opravimo tako, da v čisto posodo brez vonja nalijemo toliko pitne vode, da so vanjo potopljena cela jajca z lupino (katerih lastnosti preskušamo). Posodo pokrijemo in postavimo na toplotni vir, da se postopoma segreva, dokler ne zavre. Kokošja in kurja jajca morajo vreti od 5 do 7 min, gosja in račja pa od 10 do 20 min.

Jajca vzamemo iz posode, jih stremo in olupimo. Med lupljenjem in po njem preverimo vonj hlapnih snovi, ki s paro izhajajo iz vsebine kuhanega jajca. Kuhana jajca, ki smo jih olupili, damo v čisto posodo in s čistim nožem razrežemo na pol, nato pa ponovno ocenimo vonj hlapnih snovi. Okus kuhanega rumenjaka in beljaka ocenimo z okusom. Vonj in okus preskušane jajca morata biti značilna za kuhano jajce;

b) poskus pečenja opravimo tako, da jajce ubijemo v čisto posodo brez vonja (ne da bi dodali maščobo) in ga spečemo. Med pečenjem, ki traja, dokler beljak zaradi toplote popolnoma ne zakrknje oziroma ne pobeli, preskušamo vonj jajca, po končanem pečenju pa ocenimo tudi okus. Vonj in okus preskušane jajca morata biti značilna za pečeno jajce.

2.2.2 Preskušanje kakovosti jajčnih izdelkov

A) Preskušanje kakovosti tekočih, hlajenih in zamrznjenih jajčnih izdelkov

Kakovost tekočih, hlajenih in zamrznjenih jajčnih izdelkov določamo z naslednjima fizikalnima metodama:

- z merilnimi instrumenti,
- organoleptično.

Z merilnimi instrumenti določamo temperaturo in maso jajčnih izdelkov.

Za merjenje temperature jajčnih izdelkov lahko uporabljamo kovinske, alkoholne ali rotacijske termometre in kontaktne električne termometre. Temperaturo jajčnih izdelkov merimo v središčnem oziroma od zunanje površine pakiranja najbolj oddaljenem delu izdelka.

Za določanje mase jajčnih izdelkov uporabljamo precizno tehtnico z natančnostjo $\pm 0,01$ g.

Kakovost tekočih in hlajenih jajčnih izdelkov ocenimo organoleptično z adspekcijo, vohom in okusom po poskusu pečenja.

Z adspekcijo ugotavljamo navzočnost tujih primesi (snovi), homogenost in barvo jajčnega izdelka. Izdelek damo v čisto in suho posodo svetle površine in ravnega dna ter preverimo njegove lastnosti. Z vohom preskusimo hkrati morebitne odmike od vonja, značilnega za jajčne izdelke.

Če sumimo, da se okus in vonj razlikujeta od specifične kakovosti, ju preskusimo s poskusom pečenja, predpisanim v točki b) te metode. Za preskušanje okusa in preverjanje vonja s poskusom pečenja lahko uporabljamo isti del vzorca kot v prejšnjem odstavku.

Za določanje odstotka suhe snovi in odstotka maščob uporabljamo metode pod številko 2.2.3 in 2.2.4 te priloge.

Kakovost zamrznjenih izdelkov (melanž, rumenjaki in beljaki) preskušamo po istih metodah in postopkih kot kakovost tekočih ohlajenih izdelkov, le da jih moramo poprej odtajati.

Vzorci pasteriziranih zamrznjenih jajčnih izdelkov lahko odtajamo po hitrem ali počasnem postopku.

Vzorec je odtajan, ko je njegova temperatura v središčnem delu od $-0,5$ do 0 °C.

Tekoče ohlajene in zamrznjene vzorce moramo v proizvodnji in prometu jemati na način in s sredstvi, ki ne bodo vplivala na spremembo njihovih organoleptičnih in drugih lastnosti.

B) Preskušanje kakovosti posušenih jajčnih izdelkov

Kakovost posušenih jajčnih izdelkov določamo:

- z merilnimi instrumenti,
- organoleptično.

Z merilnimi instrumenti določamo maso jajčnih izdelkov. Za določanje mase posušenih jajčnih izdelkov uporabljamo precizno tehtnico z natančnostjo $\pm 0,01$ g.

Kakovost posušenih jajčnih izdelkov ocenjujemo organoleptično z adspekcijo, vohom in poskusom pečenja.

Sušeni prah stresemo v čisto, suho posodo svetle barve in z ravnim dnem ter z adspekcijo ugotovimo barvo, navzočnost tujih snovi in splošen videz prahu. Z vohom določimo hkrati morebitni odmik vonja od specifičnega vonja izdelka.

Če sumimo, preverimo s poskusom pečenja vonj in določimo okus izdelka.

Vzorec za poskus pečenja pripravimo takole: odtehtamo en del sušenega prahu celega jajca in dodamo tri dele vode ali en del beljaka v prahu in sedem delov vode ali en del rumenjaka v prahu in 1,25 dela vode. Vse to dobro homogeniziramo in pustimo stati 15 min, nato pa pečemo, ne da bi dodali mast ali olje. Vonj vzorca, ki ga pečemo, preskušamo med pečenjem in po njem, okus pa po pečenju. Vonj in okus moramo znova preskusiti tudi po ohladitvi vzorca na sobno temperaturo.

Odstotek suhe snovi in odstotek maščob določimo z metodami pod številko 2.2.3 in 2.2.4 te priloge.

C) Preskušanje kakovosti kuhanih jajčnih izdelkov

Kakovost kuhanih jajčnih izdelkov določamo pri dnevni svetlobi:

- z merilnimi instrumenti,
- organoleptično.

Vzorec damo v čisto posodo svetle barve in ravnega dna. Z merilnimi instrumenti določimo temperaturo in maso kuhanih jajčnih izdelkov.

Za določanje temperature in mase uporabljamo instrumente.

Vzorci kuhanih jajčnih izdelkov ocenimo organoleptično z adspekcijo, palpacijo, vohom in okusom.

Z adspekcijo ugotavljamo zunanji videz izdelka, navzočnost tujih snovi na ovoju in pod njim (če ima ovoj) in na prerezu izdelka. Barvo kuhanega beljaka in rumenjaka določimo na prerezu vzorca kuhanega jajčnega izdelka.

S palpacijo določimo konsistenco vzorcev kuhanih jajčnih izdelkov. Vonj in okus ocenimo neposredno po odstranitvi ovoja in pri rezanju vzorcev kuhanih jajčnih izdelkov.

2.2.3 Določanje suhe snovi s sušenjem

Princip in postopek

Metoda temelji na principu tehtanja ostanka po sušenju do konstantne mase.

Za določanje suhe snovi s sušenjem jajčnih izdelkov uporabljamo dva postopka:

- a) sušenje pri $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ - za jajčne izdelke, ki jim ni dodan sladkor,
- b) sušenje v vakuumu - za jajčne izdelke, ki jim je dodan sladkor.

a) Sušenje pri $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$

Princip

S tem postopkom določamo ostanek po sušenju vzorca pri $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ do konstantne mase.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aluminijasto posodico s premerom 50 mm,
- 2) kratko stekleno palčko,
- 3) sušilnik z avtomatsko regulacijo temperature na $105\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$,
- 4) kremenov pesek, opran s klorovodikovo kislino in izžarjen,
- 5) eksikator.

Postopek

V posušeno in stehtano aluminijasto posodico odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,0001$ g približno 2 g tekočega ali zamrznjenega vzorca oziroma približno 5 g sušenega vzorca jajčnega izdelka. Odtehtano količino vzorca skupaj s posodico sušimo v sušilniku pri temperaturi $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ do konstantne mase.

Vzorec tekočega ali zamrznjenega jajčnega izdelka sušimo na enak način v aluminijasti posodici z izžarjenim peskom in stekleno palčko.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Suho snov izražamo kot odstotek mase vzorca, izračunamo pa jo po naslednji formuli:

$$\text{suha snov v odstotkih} = \frac{G_2 - G}{G_0} \cdot 100$$

$$\text{voda v odstotkih} = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \cdot 100$$

kjer je:

G - masa prazne aluminijaste posodice v g,

G₁ - masa aluminijaste posodice z odtehtkom v g,

G₂ - masa aluminijaste posodice z odtehtkom po sušenju v g,

G₀ - odtehtek v g.

b) Sušenje v vakuumskem sušilniku**Princip**

S tem postopkom določamo suho snov pri jajčnih izdelkih, ki jim je dodan sladkor, tako, da vzorce sušimo v vakuumskem sušilniku pri absolutnem tlaku, ki je nižji od 2,2 kPa, in pri temperaturi $99\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) vakuumski sušilnik z avtomatsko regulacijo temperature na $99\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, opremljen z manometrom;
- 2) eksikator, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel z ustreznim sušivom;
- 3) kovinsko posodico za tehtanje s premerom 50 mm, ki je odporna proti vzorcu in preskusnim pogojem;
- 4) toplo vodno kopel;
- 5) analitsko tehtnico.

Postopek

V posušeno in stehtano kovinsko posodico odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,0001$ g približno 5 g tekočega ali zamrznjenega oziroma 2 g sušenega vzorca jajčnega izdelka. Posodo postavimo na toplo kopel, da izhlapi največji del vode iz vzorca. Posodo odkrijemo in skupaj s pokrovom postavimo v vakuumski sušilnik, v katerem jo približno 5 h sušimo pri temperaturi $99\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ in tlaku, ki je nižji od 2,2 kPa. Nato omogočimo dotok suhega zraka v sušilnik in izenačitev tlaka z atmosferskim tlakom. Posodo pokrijemo in prenesemo v eksikator, da se ohladi do sobne temperature, nato pa stehtamo.

Postopek sušenja v vakuumskem sušilniku ponavljamo v dvournih presledkih, dokler ne dobimo konstantne mase.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Suho snov izražamo kot odstotek mase vzorca, izračunamo pa jo po naslednji formuli:

$$\text{skupna suha snov v odstotkih} = \frac{G_2 - G}{G_0} \cdot 100$$

$$\text{voda v odstotkih} = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \cdot 100$$

kjer je:

G - masa prazne kovinske posode v g,

G₁ - masa kovinske posode z odtehtkom v g,

G₂ - masa kovinske posode z odtehtkom po sušenju v g,

G₀ - odtehtek v g.

odstotek		odstotek		odstotek
suhe snovi	=	skupne suhe	-	dodanega
jajčnega izdelka		snovi		sladkorja

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, ki ju je isti analitik na istem vzorcu opravil v istem laboratoriju ob enakih pogojih, ne sme biti večja od 0,1 g suhe snovi na 100 g vzorca.

2.2.4 Določanje maščob - Postopek po Weibelu in Stoldt**Princip in postopek**

Vzorec jajčnega izdelka hidroliziramo s klorovodikovo kislino, sproščene maščobe pa ekstrahiramo s petroletrom. Maščobe nato ponovno izločimo in količino izrazimo kot odstotek mase, računano na vzorec.

Metodo uporabljamo za določanje maščobe v tekočem, zamrznjenem in posušenem rumenjaku in melanžu.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) 200 ml čaše,
- 2) lij s premerom 12 do 15 cm,
- 3) urno steklo s premerom 10 cm (2 stekli),
- 4) 100 ml menzuro (2 menzuri),
- 5) filtrirni papir s premerom 27 cm,
- 6) vodno kopel ali zaprto električno peč,
- 7) sušilnik z avtomatsko regulacijo temperature na 105 °C ± 0,5 °C,
- 8) aparaturu za ekstrakcijo po Soxhletu ali ekstraktor po Twisselmannu z 250 ml bučo,
- 9) lovilnik kapljic,
- 10) kondenzator po Liebigu.

Postopek

Z natančnostjo 0,0001 g odtehtamo v čašo približno 2 g vzorca tekočega ali zamrznjenega rumenjaka oziroma približno 3 g vzorca tekočega ali zamrznjenega melanža oziroma približno 1 g vzorca sušenega rumenjaka ali melanža. Vzorec 20 ml vode in 10 ml klorovodikove kisline 15 min segrevamo v vreli vodni kopeli in ga medtem občasno premešamo. Nato vsebino v čaši ob neprestanem mešanju s stekleno palčko segrevamo na mrežici, dokler ne zavre. Čašo pokrijemo z urnim steklom in pustimo, da vsebina počasi vre, dokler se ne raztopijo vse beljakovine (približno 30 min). Urno steklo nato izperemo z vročo vodo v čašo in celotno vsebino takoj filtriramo skozi naguban ovlažen filtrirni papir. Filtrirni papir izpiramo z vročo vodo, s katero smo poprej izprali čašo, v kateri smo kuhali vzorec, dokler filtrat ne reagira na klorove ione.

Po končanem preskusu, ko se je voda dobro odcedila, postavimo filtrirni papir z izločenimi maščobami v tulec, ki ga postavimo na urno steklo ali v čašo, v kateri smo kuhali vzorec, ter 2 h sušimo pri temperaturi 105 °C. Posušeni vzorec postavimo skupaj s filtrirnim papirjem in tulcem naravnost v eksikator Soxhletove aparature, urno steklo ali čašo pa izperemo s petroletrom, ki ga vlijemo v aparaturo. Aparaturo nato povežemo s kondenzatorjem in poprej posušeno in stehtano bučo. Z zgornje strani kondenzatorja vlijemo skozi majhen lij toliko petroletra, da njegova skupna količina ne zavzema več kot 3/4 prostornine buče. Bučo segrevamo bodisi neposredno na zaprti električni peči ali na vodni kopeli. Jakost segrevanja naravnamo tako, da kondenzirane kapljice petroletra padajo s tako hitrostjo, da jih komaj lahko štejemo, ne smejo pa oblikovati neprekinjenega curka. Ekstrakcija mora trajati približno 2 h. Prekinemo jo v trenutku, ko se petroleter prelije v bučo. Petroleter odstranimo iz ekstrakta z destilacijo na isti aparaturi, vendar brez tulca ali tako, da bučo z ekstraktom maščob povežemo z Liebigovim kondenzatorjem in segrevamo v vodni kopeli. Vzorec destiliramo, dokler ne odstranimo vsega topila.

Vsebino v buči nato sušimo pri temperaturi 105 °C do konstantne mase.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino maščob izražamo kot odstotek mase vzorca, izračunamo pa jo po naslednji formuli:

$$\text{odstotek maščob} = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \cdot 100$$

kjer je:

G_1 - masa buče po ekstrakciji in sušenju v g,

G_2 - masa prazne buče v g,

G_0 - odtehtana količina vzorca v g.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim na istem vzorcu za analizo opravil isti analitik v istem laboratoriju ob enakih pogojih, ne sme biti večja od 0,3 g maščob na 100 g vzorca.

2.2.5 Določanje prostih maščobnih kislin

Princip in postopek

Vzorec ekstrahiramo z dietiletrom. Dietileter uparimo, ekstrahirani ostanek pa raztopimo v toluenu. Količino prostih maščobnih kislin določimo s titracijo s standardno raztopino natrijevega hidroksida v etanolu ob fenolftaleinu kot indikatorju.

Metodo uporabljamo za določanje aciditete dietiletrskega ekstrakta (računano kot oleinska kislina) v sušenem melanžu in sušenih rumenjaki.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) erlenmajerico z zamaškom;
- 2) toplo vodno kopel;
- 3) analitsko tehtnico;
- 4) sušilnik s termostatom.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) toluen: če ni nevtralen, titriramo 50 ml toluena z 0,05 mol/l standardne raztopine natrijevega hidroksida v etanolu, nato pa rezultat korigiramo,
- 2) fenolftalein 1 % (m/v) v etanolu,
- 3) etanolsko raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/l}$: koščke kovinskega natrija s prostornino približno 1 ml raztopimo v 800 ml absolutnega alkohola (etanola). 10 ml te raztopine titriramo z 0,1 mol/l raztopino klorovodikove kisline ob fenolftaleinu kot indikatorju. Izračunamo prostornino etanola, ki jo moramo dodati, da bi dobili raztopino 0,05 mol/l. Pred uporabo jo standardiziramo z 0,1 mol/l raztopino klorovodikove kisline.

Postopek

V majhno erlenmajerico z zamaškom odtehtamo približno 2 g vzorca in dodamo 30 ml dietiletra, nato pa močno stresemo. Pustimo, dokler se vsebina ne zbistri, nato pa dekantiramo skozi filtrini papir v bučko. Ekstrakcijo trikrat ponovimo, vsakič pa uporabimo po 20 ml dietiletra. Dietileter uparimo na topli kopeli, ekstrakt pa sušimo 15 min v sušilniku pri temperaturi 100 °C. Ekstrakt nato ohladimo, dodamo 30 ml toluena ter 3 do 4 kapljice raztopine fenolftaleina kot indikatorja, nato pa titriramo s sveže pripravljeno raztopino natrijevega hidroksida v etanolu. Titracijo prekinemo v trenutku, ko se spremeni barva.

Na istem vzorcu za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino prostih maščobnih kislin (kot oleinska) v vzorcu izračunamo po formuli:

$$\frac{V_1 \cdot 2,81}{2m_0}$$

kjer je:

V_1 - prostornina porabljene standardne 0,05 mol/l raztopine natrijevega hidroksida v etanolu v ml;

m_0 - masa vzetega vzora v g.

Za količino prostih maščobnih kislin (izraženo kot oleinska), izkazano glede na delež maščob v izdelku, velja formula:

$$\frac{V_1 \cdot 2,81}{2m_0} \cdot \frac{100}{\% M}$$

kjer je:

V_1 in m_0 - isto kot v prejšnji formuli;

% M - odstotek maščob v izdelku, določen po metodi za določanje maščob (postopek po Weibelu in Stoldt pod točko 2.2.4).

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim na istem vzorcu za analizo po isti metodi v istem laboratoriju ob enakih pogojih opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,3 g prostih maščobnih kislin na 100 g maščob v vzorcu.

METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE KISA IN RAZREDČENE OCETNE KISLINE

1. METODE VZORČENJA KISA IN RAZREDČENE OCETNE KISLINE

Vzorci proizvodov se jemljejo:

- 1) v proizvodnji - iz proizvodnih partij,
- 2) v prometu - iz embalažnih enot pošiljke.

Vzorke proizvodov mora vzeti uradna oseba.

Vzorec proizvoda za analizo mora predstavljati povprečno sestavo celotne količine proizvoda, od katerega se vzorec vzame.

S proizvodno partijo proizvoda je mišljena ustrezna količina proizvoda iste vrste in ustrezne prostornine z obvezno oznako za identifikacijo.

Embalažne enote proizvoda so določene količine proizvoda iste vrste v posamičnih embalažnih pakiranjih z ustrezno prostornino in obvezno oznako za identifikacijo.

Od proizvoda se vzameta dva po sestavi in prostornini enaka vzorca: eden za analizo in eden za superanalizo.

Prostornina vzorca za analizo mora znašati najmanj 0,5 l.

Če so proizvodi v izvirnem pakiranju z veliko prostornino, se iz njih vzeti vzorec za analizo pakira v steklene ali plastične posode, odporne proti kislinam. Posode z vzorcem se zaprejo s plutovinastim ali plastičnim zamaškom, označijo tako, da oznake ni mogoče zlahka sneti ali zbrisati, nato pa se nanje vtisne uradni pečat ali da plomba.

Če so proizvodi v izvirnih embalažnih enotah z manjšo prostornino, je lahko vzeti vzorec vsaka naključno vzeta posamična enota proizvoda.

Oznaka na vzorcu proizvoda za analizo vsebuje naslednje podatke:

- 1) datum jemanja vzorca proizvoda,
- 2) ime proizvoda oziroma njegovo morebitno trgovsko ime,
- 3) firma oziroma ime in sedež proizvajalca,
- 4) neto prostornina proizvoda, od katere je bil vzet vzorec,
- 5) neto prostornina vzorca proizvoda.

Uradna oseba, ki je vzela vzorec proizvoda za analizo, sestavi zapisnik o vzorčenju z naslednjimi, za rezultat analize, pomembnimi podatki: datum, čas in kraj vzorčenja, namen vzorčenja, vrsta in količina proizvoda od katerega je bil vzet vzorec, število posamično vzetih vzorcev in količina vseh vzetih vzorcev proizvoda, oznake za identifikacijo vzorcev in količina vzorcev proizvoda, ki se pošiljajo za analizo.

Zapisnik podpišeta uradna oseba, ki je vzela vzorce proizvoda za analizo in stranka.

Število posamičnih za analizo vzetih enot vzorcev proizvoda je odvisno od vrste proizvoda in velikosti proizvodne partije oziroma pošiljke.

Število posamičnih enot vzorcev se določi po tabeli 1.

Tabela 1. Določanje števila posamičnih enot vzorcev

Vrsta pakiranja	Količina, od katere se vzame vzorec	Število posamičnih enot vzorcev	Prostornina vzorca za analizo v l
cisterna	do 50001	2	0,5
rezervoar	nad 50001	2	0,5
sod, balon	od 1 do 3	2	0,5
sod, balon	od 4 do 30, iz vsake tretje posode	1	0,5
sod, balon	več kot 30, iz vsake pete posode	1	0,5
izvirna pakiranja:			
steklenica	od 1 do 100	2	1,0
steklenica	od 101 do 500	3	1,0
steklenica	od 501 do 1000	4	1,0
steklenica	od 1001 do 10000	5	1,0

Če je v proizvodni partiji oziroma pošiljki proizvoda več kot 10000 steklenic, se za vsakih nadaljnjih 2000 do 5000 steklenic vzameta še dva vzorca.

Če obsega skupaj vzeti vzorec proizvoda več kot dve embalažni enoti, se iz njih oblikuje poseben vzorec tako, da iz njega nastaneta dve embalažni enoti vzetega vzorca, pri čemer ima vsaka embalažna enota vzetega vzorca enako možnost za to, da se izloči kot embalažna enota vzorca za analizo.

Za jemanje vzorcev proizvoda iz cistern in rezervoarjev se uporablja steklena posoda (sonda), vzorci pa se po možnosti jemljejo z vrha, iz sredine in z dna posode oziroma cisterne ali rezervoarja.

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE KISA IN RAZREDČENE OCETNE KISLINE

2.1 Splošno

Vsi reagenti, ki se uporabljajo za kemične analize kisa in razredčene očetne kisline, morajo imeti predpisano analitično čistočo, voda pa mora biti destilirana.

2.2 Fizikalno-kemijske analize

2.2.1 Določanje prostorninske mase pri temperaturi 20 °C

a) Določanje vodne vrednosti piknometra

Princip

Določimo vodno vrednost piknometra oziroma preverimo odstop od označene vodne vrednosti na piknometru s prostornino 50 ml.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) eksikator;
- 2) vodno kopel s termostatom za vzdrževanje temperature 20 °C;
- 3) sušilnik s termostatom za vzdrževanje temperature 140 °C;
- 4) analitsko tehtnico;
- 5) piknometer 50 ml;
- 6) lij za piknometer;
- 7) upognjeno kapilaro za praznjenje piknometra;
- 8) kapilaro za odvzem presežka vode.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) kromžveplovo kislino: 25 g kalijevega dikromata ($K_2Cr_2O_7$) raztopimo v 1000 ml koncentrirane žveplove kisline (H_2SO_4);
- 2) redestilirano vodo;
- 3) etanol;
- 4) eter.

Postopek

Piknometer očistimo s kromžveplovo kislino in najprej izperemo z destilirano vodo, nato pa z etanolom in etrom. Sušimo ga v sušilniku 3 h pri temperaturi 140 °C, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Sušenje, hlajenje in tehtanje ponovimo dvakrat, oziroma ponavljamo, vse dokler so odmiki pri tehtanju večji (pri četrti decimalki). Tako določimo maso piknometra. Čist, posušen in stehtan piknometer napolnimo s sveže prekuhano, ohlajeno redestilirano vodo, ga zamašimo in pustimo 25 min v vodni kopeli pri temperaturi 20 °C. S posebno kapilaro pazljivo izločimo presežek vode nad oznako piknometra, tako da se spodnja površina meniskusa delno dotika oznake na piknometru. Spodnji del piknometra mora ostati v vodi, njegov zgornji del oziroma grlo pa pazljivo držimo nad omako. Piknometer vzamemo iz vodne kopeli, notranjost grla nad oznako posušimo z zvitim filtrirnim papirjem, zunanji del pa obrišemo s čisto suho krpo, nato pa pustimo piknometer v analitski tehtnici 10 do 15 min. Maso piknometra stehtamo z natančnostjo na štiri decimalke. Postopek ponovimo trikrat in določimo srednjo vrednost mase piknometra z vodo.

Izračunavanje

Vodno vrednost piknometra pri 20 °C (C) izračunamo iz razlike med maso piknometra z vodo in maso praznega piknometra po formuli:

$$C = B - a$$

kjer je:

B - masa piknometra z vodo pri 20 °C v g,

a - masa praznega piknometra pri 20 °C v g.

*b) Določanje prostorninske mase kisa ali razredčene očetne kisline***Princip**

S prostorninsko maso kisa ali razredčene očetne kisline je mišljeno razmerje med maso piknometra s kisom ali razredčeno očetno kislino pri 20 °C in maso piknometra z enako količino redistilirane vode pri 20 °C.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še

- 1) piknometer 50 ml;
- 2) lij za piknometer;
- 3) kapilaro za odvzem presežka tekočine;
- 4) analitsko tehtnico;
- 5) vodno kopel.

Postopek

Piknometer, katerega vodno vrednost smo določili, izperemo trikrat z majhno količino kisa ali razredčeno očetno kislino, napolnimo ga s kisom ali razredčeno očetno kislino do oznake na grlu, nato pa pustimo približno 25 min v vodni kopeli pri temperaturi 20 °C. Nato s kapilaro pazljivo odstranimo presežek tekočine nad oznako, tako da se spodnji meniskus dotika oznake na grlu piknometra. Pri tem moramo paziti, da je spodnji del piknometra v vodni kopeli. Notranjost grla piknometra posušimo z zvitim filtrirnim papirjem, njegov zunanji del pa obrišemo s čisto suho krpo. Napolnjeni piknometer pustimo v analitski tehtnici 15 min, nato pa stehamo z natančnostjo na štiri decimalke.

Izračunavanje

Prostorninsko maso kisa ali razredčene očetne kisline pri 20 °C izračunamo po formuli:

$$D = \frac{C - a}{B - a}$$

kjer je:

a - masa praznega piknometra v g,

B - masa piknometra z vodo v g,

C - masa piknometra s kisom ali razredčeno očetno kislino v g.

2.2.2 Določanje deleža etanola pri temperaturi 20 °C**Princip**

Količino etanola, izraženo v prostorninskih odstotkih, določimo na podlagi prostorninske mase destilata kisa ali razredčene očetne kisline po tabeli 2.

Aparati in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) piknometar, 100 ml;
- 2) vodno kopel s temperaturo 20 °C;
- 3) analitsko tehtnico;
- 4) aparaturo za destilacijo etanola, ki jo sestavljajo:
 - destilirna buča, 250 ml,
 - podaljšek z bučo,
 - povratni hladilnik;
- 5) grelec.

Reagenti

Uporabljamo naslednji reagent:

30 % (m/m) koncentracijo raztopine natrijevega hidroksida (NaOH).

Postopek

Ko določimo prostorninsko maso, prenesemo kis ali razredčeno očetno kislino z ukrivljeno kapilaro v destilacijsko bučo. Piknometar nekajkrat izperemo z destilirano vodo, ki jo prav tako vlijemo v destilacijsko bučo. Nato kis ali razredčeno očetno kislino nevtraliziramo z raztopino 30 %-nega NaOH; kot indikator uporabimo rdeči lakmusov papir. Bučo povežemo z aparaturo za destilacijo etanola, destilat pa z ozkim lijem zbiramo v piknometru. Med destilacijo mora biti vrh lija potopljen v destilat, piknometar pa se mora hladiti z vodo. Destilacijo prekinemo, ko se v piknometru nabere 75 ml destilata. Piknometar nato dopolnimo z redestilirano vodo do oznake in pustimo približno 25 min v vodni kopeli pri temperaturi 20 °C. Nato dopolnimo piknometar z redestilirano vodo do oznake in temperiramo pri 20 °C. Notranjost moramo paziti, da je spodnji del piknometra stalno v vodni kopeli s temperaturo 20 °C. Notranjost grla piknometra posušimo z zvitim filtrirnim papirjem, zunanji del pa obrišemo s čisto suho krpo in pustimo v analitski tehtnici 15 min. Piknometar z destilatom stehamo z natančnostjo na štiri decimalke.

Izračunavanje

Prostorninsko maso destilata 20/20 °C (D) izračunamo tako, da od mase piknometra z destilatom odštejemo maso praznega piknometra, razliko pa delimo z vodno vrednostjo istega piknometra po formuli:

$$D = \frac{P_2 - P_1}{VV_p}$$

kjer je:

P_1 - masa praznega piknometra v g,

P_2 - masa piknometra z destilatom v g,

VV_p - vodna vrednost piknometra v g.

Na podlagi prostorninske mase destilata (D) odčitamo količino etanola v odstotkih prostornine v tabeli 2, po Reichartu.

Tabela 2. Določanje količine etanola v odstotkih prostornine, po Reichartu.

Prostorninska masa destilata (D) 20/20 °C	Prostorninska masa etanola (V/V) %
0,9999	0,06
0,9998	0,14
0,9997	0,21
0,9996	0,26
0,9995	0,34
0,9994	0,41
0,9993	0,47
0,9992	0,55
0,9991	0,61
0,9990	0,67
0,9989	0,73
0,9988	0,81
0,9987	0,87
0,9986	0,94
0,9985	1,01
0,9984	1,07
0,9983	1,14
0,9982	1,22
0,9981	1,28
0,9980	1,35
0,9979	1,42
0,9978	1,48
0,9977	1,56
0,9976	1,62
0,9975	1,70
0,9974	1,76
0,9973	1,83
0,9972	1,90
0,9971	1,96
0,9970	2,04
0,9969	2,11
0,9968	2,18
0,9967	2,24
0,9966	2,32
0,9965	2,38
0,9964	2,46
0,9963	2,52
0,9962	2,59
0,9961	2,66
0,9960	2,74
0,9959	2,80
0,9958	2,88
0,9957	2,95
0,9956	3,01
0,9955	3,09
0,9954	3,15
0,9953	3,23

0,9952	3,30
0,9951	3,37
0,9950	3,45
0,9949	3,52
0,9948	3,59
0,9947	3,66
0,9946	3,72
0,9945	3,80
0,9944	3,88
0,9943	3,96
0,9942	4,03
0,9941	4,10
0,9940	4,16

2.2.3 Določanje celotnega ekstrakta (z invertnim sladkorjem in brez invertnega sladkorja)

a) Določanje celotnega ekstrakta (z invertnim sladkorjem) v kisu

Princip

Metoda temelji na uparjanju kisa na vodni kopeli, dopolnilnem sušenju v sušilniku pri temperaturi 105 °C in tehtanju ostanka.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) platinsko ali porcelansko posodo z ravnim dnom;
- 2) vodno kopel;
- 3) sušilnik s toplotno regulacijo na 105 °C;
- 4) pipeto;
- 5) erlenmajerico;
- 7) filtrirni papir;
- 8) analitsko tehtnico.

Postopek

V posušeno in stehtano platinsko ali porcelansko posodo s pipeto odmerimo 10 ml filtriranega kisa in uparimo na topli vodni kopeli do gostote sirupa. Dodamo 50 ml destilirane vode in ponovno uparimo do enake gostote. Ostanek sušimo 2 h in 30 min v sušilniku pri temperaturi 105 °C. Ohladimo v eksikatorju in stehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo na štiri decimalke.

Izračunavanje

Količino celotnega ekstrakta z invertnim sladkorjem (E) izražamo v g/l, izračunamo pa po formuli:

$$E = (a - b) \cdot 100$$

kjer je:

a - masa posode s posušenim ostankom v g,

b - masa prazne posode v g.

b) Določanje ekstrakta brez invertnega sladkorja v kisu

Ekstrakt brez invertnega sladkorja (E_1) izračunamo tako, da od celotnega ekstrakta z invertnim sladkorjem (E) odštejemo količino invertnega sladkorja (C), zmanjšano za 1 g (za 1 g jo zmanjšamo zaradi navzočnosti snovi, ki niso sladkorji, reducirajo pa Fehlingovo raztopino).

Izračunamo ga po formuli:

$$E_1 = E - (C - 1)$$

kjer je:

E - količina celotnega ekstrakta z invertnim sladkorjem v g/l,

C - količina invertnega sladkorja v g/l.

2.2.4 Določanje invertnega sladkorja

Princip

Metoda temelji na principu oksidacije in redukcije med Fehlingovo raztopino in sladkorjem, kjer se divalentni ion bakra (CuSO_4) iz Fehlingove raztopine reducira v enovalentni ion bakra v bakrovem (I) oksidu (Cu_2O), pri čemer se sladkor oksidira v ustrezno kislino.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) merilno bučko, 50 ml;
- 2) filtrirni papir;
- 3) lij;
- 4) čašo;
- 5) pipeto;
- 6) sesalno bučo (vakuumsko bučo);
- 7) filtrirni lonček G4;
- 8) analitsko tehtnico;
- 9) sušilnik s toplotno regulacijo;
- 10) vodno kopel;
- 11) črpalko;
- 12) eksikator.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) Carrez I: raztopimo 106 g kalijevega heksacianoferata $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in do 1000 ml dopolnimo z destilirano vodo,
- 2) Carrez II: raztopimo 219,5 g cinkovega acetata $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 30 g glacialne ocetne kisline in do 1000 ml dopolnimo z destilirano vodo;
- 3) Fehling I: raztopimo 69,3 g bakrovega sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) v, merilni 1000 ml, bučki in do oznake dopolnimo z destilirano vodo,
- 4) Fehling II: raztopimo 346 g kalij natrijevega tartrata ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) in 103,2 g natrijevega hidroksida (NaOH) v merilni, 1000 ml, bučki in do oznake dopolnimo z destilirano vodo,
- 5) raztopino natrijevega hidroksida: (NaOH) = 1 mol/l,
- 6) 25 % (m/m) koncentrirano raztopino klorovodikove kisline (HCl),
- 7) 1 % (m/m) raztopino fenolftaleina: raztopimo 1 g fenolftaleina v 70 % (V/V) etanolu,
- 8) etanol.

Postopek

V 100 ml merilno bučko s pipeto odmerimo 20 ml vzorca kisa in dodamo 6 ml 25 %-ne klorovodikove kisline. Bučko postavimo na toplo vodno kopel in temperaturo naravnamo tako, da analizirani vzorec 5 min ohrani temperaturo 67 - 70 °C. Bučko ohladimo tako, da doseže vzorec temperaturo 20 °C. Vzorec nevtraliziramo z raztopino natrijevega hidroksida c (NaOH) - 1 mol/l (učinek nevtralizacije kontroliramo z lakmusovim papirjem). Vsebino bučke ponovno ohladimo na 20 °C in dodamo 10 ml raztopine Carrez I in 10 ml raztopine Carrez II. Po 30 min merilno bučko do oznake dopolnimo z destilirano vodo, dobro premešamo in raztopino filtriramo skozi suh filtrirni papir. Tako dobimo filtrat I.

V 250 ml erlenmajerico odmerimo 25 ml raztopine Fehling I, 25 ml raztopine Fehling II in 25 ml destilirane vode in segrevamo, dokler ne zavre. V vrelo mešanico s pipeto odmerimo 5 ml filtrata I in kuhamo 2 min. Tekočino ohladimo tako, da ji dodamo 100 ml destilirane vode: Izloženo usedlino Cu₂O filtriramo skozi opran, posušen in stehtan filtrirni lonček G4 s pomočjo črpalke. Usedlino v lončku dobro izperemo z vročo destilirano vodo s temperaturo 60 - 65 °C, nato pa z etanolom in jo 30 min sušimo v sušilniku pri temperaturi 105 °C. Posušen lonček z usedlino Cu₂O hladimo 30 min v eksikatorju in stehtamo z natančnostjo na štiri decimalke.

Na podlagi mase Cu₂O izračunamo količino neposredno reduciranih sladkorjev (kot invertni sladkor) po tabeli 2 za določanje invertnega sladkorja.

Izračunavanje

Količino invertnega sladkorja (C), izraženo v g/l, izračunamo po formuli:

$$C = \frac{a \cdot 1000}{b \cdot 1000}$$

kjer je:

a - masa invertnega sladkorja, ki ustreza miligramom Cu₂O, dobljenim po tabeli 3,

b - masa kisa, če upoštevamo ustrezna razredčenja, v g.

Tabela 3. Tabela za izračunavanje invertnega sladkorja

Bakrov (I) oksid (Cu ₂ O), v mg	Invertni sladkor
10	4,6
11	5,1
12	5,6
13	6,0
14	6,4
15	6,9
16	7,3
17	7,8
18	8,3
19	8,7
20	9,2
21	9,6
22	10,0
23	10,5
24	11,0
25	11,4
26	11,9
27	12,4
28	12,8

29	13,3
30	13,7
31	14,2
32	14,7
33	15,1
34	15,6
35	16,1
36	16,5
37	17,0
38	17,4
39	17,9
40	18,4
41	18,8
42	19,3
43	19,8
45	20,2
46	20,7
47	21,1
48	21,6
49	22,1
50	22,5
51	23,0
52	23,5
53	23,9
54	24,4
55	24,9
56	25,3
57	25,8
58	26,2
59	26,7
60	27,2
61	27,6
62	28,1
63	28,6
64	29,0
65	29,5
66	30,0
67	30,4
68	30,9
69	31,4
70	31,8
	32,3

2.2.5 Določanje celotnih kislin (kot očetna)

Princip

Količino celotnih kislin, računano kot očetna kislina, v kisu ali razredčeni očetni kislini določimo na podlagi števila porabljenih mililitrov koncentrirane raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, ki so potrebni za nevtralizacijo vzorca.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) erlenmajerico;
- 2) pipeto;
- 3) bireto;
- 4) merilno bučko, 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida s koncentracijo $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (Fixanal);
- 2) 1 %-no raztopino fenolftaleina v 70 %-nem etanolu;
- 3) prekuhano in ohlajeno destilirano vodo.

Postopek

V 100 ml merilno bučko s pipeto odmerimo 10 ml vzorca za analizo in do oznake dopolnimo s sveže prekuhano, ohlajeno destilirano vodo. Zamašimo in dobro premešamo. Nato v erlenmajerico s pipeto odmerimo 10 ml tako razredčenega vzorca, dodamo 20 ml sveže prekuhane ohlajene destilirane vode in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ z nekaj kapljicami fenolftaleina do rahlo rožnate barve.

Izračunavanje

Količino celotnih kislin, računano kot očetna kislina, (H) izražamo v g/l, izračunamo pa tako, da število mililitrov raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za nevtralizacijo, pomnožimo s faktorjem 6, kar izračunamo po formuli:

$$H = g \cdot 6$$

kjer je:

a - prostornina raztopine natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, v ml.

Če H delimo s prostorninsko maso kisa ali razredčene očetne kisline, dobimo število g/kg očetne kisline (F), kar nam omogoči, da izrazimo količino očetne kisline v odstotkih.

Izračunamo jo po formuli:

$$F = \frac{H}{D}$$

kjer je:

H - očetna kislina v g/l,

D - prostorninska masa kisa ali razredčene očetne kisline.

2.2.6 Določanje prostega žveplovega dioksida

Princip

Metoda temelji na oksidaciji in redukciji med raztopino joda in žveplovo kislino, pri čemer jod reducira SO_2 , sam pa pri tem oksidira.

Aparati in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) erlenmajerico za določanje jodnega števila;
- 2) pipeto;
- 3) bireto.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) raztopino joda s koncentracijo $c(J_2) = 0,2 \text{ mol/l}$ (Fixamal);
- 2) žveplovo kislino (1 + 4).

Postopek

V erlenmajerico s pipeto odmerimo 50 ml vzorca za analizo, dodamo 10 ml žveplove kisline (H_2SO_4) 1 + 4 in 3 ml raztopine škroba. Nato titriramo z raztopino joda $c(J_2) = 0,2 \text{ mol/l}$, dokler ne postane modre barve, ki mora biti obstojna 30 s.

Izračunavanje

Količino prostega SO_2 (G) izražamo v mol/l, izračunamo pa tako, da število mililitrov raztopine joda, porabljene za titracijo, pomnožimo s faktorjem 12,8.

Izračunamo jo po formuli:

$$G = a \cdot 12,8$$

kjer je:

a - prostornina raztopine joda, porabljenega za titracijo v ml.

2.2.7 Določanje vezanega žveplovega dioksida**Princip**

Metoda temelji na oksidaciji in redukciji med jodom in žveplovo kislino, pri čemer jod oksidira s SO_2 , sam pa se pri tem reducira.

Aparati in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) erlenmajerico;
- 2) pipeto;
- 3) bireto.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$. V merilni, 1000 ml, bučki raztopimo 40 g in do omake dopolnimo z destilirano vodo;
- 2) raztopino joda s koncentracijo $c(J_2) = 0,5 \text{ mol/l}$ (Fixanal);
- 3) raztopino žveplove kisline (H_2SO_4), 1 + 4,1 %-no raztopino škroba.

Postopek

V erlenmajerico s pipeto odmerimo 25 ml raztopine natrijevega hidroksida in dodamo 50 ml vzorca za analizo. Erlenmajerico zamašimo in pustimo 15 min. V erlenmajerico nato vlijemo 15 ml raztopine žveplove kisline in 3 ml raztopine škroba. Titriramo z raztopino joda (Fixanal), dokler ne postane modre barve. Barva mora biti obstojna 30 s.

Izračunavanje

Količino vezanega žveplovega dioksida (K) izražamo v mg/l, izračunamo pa tako, da število mililitrov raztopine joda, porabljene za titracijo, pomnožimo s faktorjem 12,8.

Izračunamo jo po formuli:

$$K = a \cdot 12,8$$

kjer je:

a - prostornina joda, porabljenega za titracijo, v ml.

2.2.8 Določanje pepela**Princip**

Metoda temelji na tehtanju ostanka, dobljenega po uparjanju, sušenju in žarjenju pri 550 °C.

Aparati in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) peč za žarjenje pri temperaturi 550 °C;
- 2) porcelanski lonček;
- 3) vodno kopel;
- 4) analitsko tehtnico;
- 5) pipeto;
- 6) eksikator;
- 7) plinski gorilnik;
- 8) sušilnik s termoregulacijo na 120 °C.

Postopek

V posušen, izžarjen in stehtan porcelanski lonček s pipeto odmerimo 10 ml vzorca za analizo in uparimo na topli vodni kopeli do gostote sirupa. Lonček z ostankom sušimo v sušilniku pri temperaturi 120 °C, dokler ne izhlapi vsa voda. Ostanek nato sežgemo nad plinskim gorilnikom, nato pa v peči za žarjenje žarimo pri temperaturi 550 °C, dokler pepel v lončku ne postane bel ali sivkasto bel. Če pepel po žarjenju ostane črn, ga ovlažimo z malo destilirane vode, ponovno uparimo in sušimo v sušilniku, nato pa žarimo, dokler ne postane bel. Lonček hladimo v eksikatorju in stehtamo z natančnostjo na štiri decimalke.

Izračunavanje

Količino pepela (A) izražamo v g/l, izračunamo pa po formuli:

$$A = (a - b) \cdot 100$$

kjer je:

a - masa lončka s pepelom v g,

b - masa praznega lončka v g.

2.2.9 Določanje alkalnosti pepela**Princip**

Metoda temelji na nevtralizaciji pepela z raztopino klorovodikove kisline (HCl) z znano koncentracijo.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) bireto,
- 2) vodno kopel,
- 3) čašo,
- 4) pinceto.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino klorovodikove kisline s koncentracijo $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (Fixamal);
- 2) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (Faxamal);
- 3) 1 %-no raztopino v 70 % (V/V) etanolu.

Postopek

Lonček s pepelom (po metodi 2.8 te priloge) postavimo v čašo in iz birete dodamo 20 ml raztopine klorovodikove kisline $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$. V čašo okoli lončka vlijemo destilirano vodo. Vse segrevamo, dokler ne zavre, nato pa lonček pazljivo izperemo z destilirano vodo in še vročo vsebino titriramo z raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, z nekaj kapljicami fenolftaleina, dokler ne postane izrazito rožnate barve.

Izračunavanje

Alkalnost pepela (A_p) izražamo kot število mililitrov klorovodikove kisline $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, potrebnih za nevtralizacijo alkalij v litru proizvoda. Izračunamo jo tako, da od števila mililitrov raztopine klorovodikove kisline, dodanih pepelu vzorca za analizo (10 ml), odštejemo število mililitrov raztopine natrijevega hidroksida, porabljenih za titracijo. Z množenjem navedenega količnika s 100 izračunamo alkalnost pepela v 1000 ml vzorca oziroma proizvoda.

Izračunamo jo po formuli:

$$A_p = \frac{a - b}{10} \cdot 100$$

kjer je:

a - prostornina raztopine klorovodikove kisline, dodane pepelu, v ml,

b - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za titracijo, v ml.

2.2.10 Določanje umetnih barvil v vinskem kisu**Princip**

Metoda temelji na dejstvu, da umetna barvila ne kažejo spremembe barve v navzočnosti kvaternega amonijskega kationa, pri optimalni pH vrednosti pa ne kažejo stabilnosti barve.

Aparati in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- 1) čašo;
- 2) pipeto;
- 3) vodno kopel.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) volno (ekstrahirano);
- 2) raztopino amoniaka (NH_4) s koncentracijo 25 % (m/m);
- 3) klorovodikovo kislino (HCl), 1 + 10.

Postopek

V čašo s pipeto odmerimo 100 ml vzorca za analizo, dodamo 0,5 g volne in 3 ml raztopine klorovodikove kisline, nato pa kuhamo 5 min. Premešamo s stekleno palčko in odlijemo tekočino. V čašo ponovno dolijemo 100 ml tople vode, 2 ml raztopine klorovodikove kisline in ponovno kuhamo 5 min. Postopek ponavljamo, dokler tekočina nad volno ne postane brezbarvna. V čašo nato dodamo 50 ml destilirane vode, 10 kapljic koncentriranega amoniaka (NH_4) in kuhamo 3 min. To raztopino odlijemo v drugo čašo. Postopek ponovimo še enkrat in drugo raztopino dodamo raztopini v čaši.

V tako pripravljeno raztopino amoniaka dodamo 0,5 g volne in 2 ml raztopine klorovodikove kisline in kuhamo 2 min. Volno dobro izperemo z vodo.

Če je bil vzorec za analizo pobarvan z umetnim barvilom, dobi volna rožnato barvo.

2.2.11 Določanje mravljične kisline**Princip in uporaba**

Metoda temelji na lastnosti mravljinčne kisline, da živosrebrov (II) klorid reducira v netopen živosrebrov (I) klorid. Količino izločenega živosrebrovega (II) klorida določimo gravimetrično in iz nje izračunamo ekvivalentno količino mravljinčne kisline.

Metodo uporabljamo pri določanju mravljinčne kisline v proizvodih in polproizvodih iz sadja.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo že:

- 1) aparaturo za destilacijo z vodno paro;
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) filtrirni lonček tipa G4;
- 4) sušilnik s temperaturo 100 ± 2 °C;
- 5) eksikator.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) barijev karbonat ali kalcijev karbonat,
- 2) raztopino živosrebrovega (II) klorida z natrijevim kloridom: 100 g živosrebrovega (II) klorida (HgCl_2) in 30 g natrijevega klorida (NaCl) raztopimo v 1 l vode,
- 3) natrijev acetat, 50 % (m/m) raztopino,
- 4) vinsko kislino, kristalno,
- 5) 10 % (m/m) raztopino klorovodikove kisline, 96 % (V/V),
- 7) etileter.

Priprava vzorca

Vzorec za analizo dobro homogeniziramo.

a) Določanje mravljinčne kisline

V odvisnosti od konsistence proizvoda odmerimo 25 do 50 ml ali 25 do 50 g vzorca, homogeniziranega za analizo, z natančnostjo 0,1 g (količino vzorca izberemo tako, da količina mravljinčne kisline v njem ni večja od 0,15 g).

Odmerjeno količino vzorca kvantitativno prenesemo v 500 ml destilirno bučo A, dodamo 0,5 do 1,0 g vinske kisline in toliko destilirane vode, da znaša prostornina raztopine v buči približno 100 ml.

V 500 ml bučo B odtehtamo 2 g barijevega karbonata ali kalcijevega karbonata in dodamo 100 ml vode. Ko je aparatura sestavljena, destiliramo z vodno paro ob istočasnem gretju obeh buč in generatorja vodne pare, pri čemer je treba paziti, da se nivo tekočine v bučah ne spremeni (to reguliramo z gorilnikom).

Da predestiliramo celotno količino mravljinčne kisline, potrebujemo približno 1000 do 1500 ml destilata. Ko se destilacija konča, filtriramo vročo karbonatno raztopino prek filtrirnega papirja s premerom 9 cm. Formiat, ki je pri tem nastal, preide v raztopino.

Usedlino na filtrirnem papirju izperemo z vrelo vodo, tako da znaša prostornina filtrata v erlenmajerici približno 250 ml. Nato vsebino v erlenmajerici uparjamo do prostornine približno 100 ml, pri čemer dobimo približno 100 ml mravljinčne kisline. Če je količina mravljinčne kisline večja od 100 mg, uparimo raztopino do prostornine 150 do 200 ml.

Po uparjanju dodamo 10 ml 50 %-ne raztopine natrijevega acetata, 2 ml raztopine klorovodikove kisline in 25 ml raztopine živosrebrovega (II) klorida z natrijevim kloridom. Nato raztopino premešamo in 2 h grejemo na topli vodni kopeli z uporabo povratnega hladilnika. Nastajanje usedline dokazuje navzočnost mravljinčne kisline (opalescenca ali motnost se ne upošteva).

b) Določanje mravljinčne kisline

Destilacijo, filtriranje, uparjanje in gretje opravimo po postopku, ki je predpisan za kvalitativno dokazovanje po tej metodi pod a).

Med gretjem z uporabo povratnega hladilnika poteka redukcija živosrebrovega (II) klorida v živosrebrov (I) klorid, ki ga nato filtriramo z vakuumsko črpalko v filtrirnem lončku G4, ki smo ga prej posušili do konstantne mase in stehali z natančnostjo 0,0002 g. Usedlino izperemo najprej z hladno vodo, nato z etanolom in etiletrom in 1 h sušimo v sušilniku pri temperaturi 100 °C. Filtrirni lonček s posušeno usedlino sušimo v eksikatorju in stehamo z natančnostjo 0,0002 g.

1 g živosrebrovega (I) klorida (Hg_2Cl_2) ustreza 0,0975 g mravljinčne kisline.

Na istem vzorcu za analizo določimo mravljinčno kislino najmanj dvakrat.

Izračunavanje

Količino mravljinčne kisline v odstotkih mase izračunamo po formuli:

$$\text{odstotek mravljinčne kisline} = \frac{(b - a) \cdot 0,0975}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa filtrirnega lončka v g,

b - masa filtrirnega lončka s posušeno usedlino v g,

c - stehana masa vzorca v g.

Prostornino vzorca v mililitrih preračunamo v maso v gramih tako, da število mililitrov pomnožimo z gostoto te vrste proizvoda.

Za rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjeni pogoji glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, opravljenih hkrati ali takoj eno za drugim ne sme biti večja od 0,01 % relativne vrednosti od dobljene srednje vrednosti.

**METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE
ŽIT, MLEVSKIH IN PEKOVSKIH IZDELKOV, TESTENIN IN HITRO
ZAMRZNJENEGA TESTA**

**1. METODE VZORČENJA ŽIT, MLEVSKIH IN PEKOVSKIH IZDELKOV,
TESTENIN IN HITRO ZAMRZNJENEGA TESTA**

1.1 Splošno

Vzorci žit, mlevskih in pekovskih izdelkov, testenin in hitro zamrznjenega testa (v nadaljnjem besedilu: izdelki) mora jemati uradna oseba.

Vzorci izdelkov se jemljejo:

- 1) v proizvodnji - iz proizvodnih partij ali njihovega dela;
- 2) v prometu - iz embalažnih enot oziroma iz dobave (pošiljke).

Vzorci izdelkov v proizvodnji in prometu se morajo jemati tako, da ima vsaka enota izdelka enako možnost, da je izbrana kot vzorec.

Vzorec mora predstavljati povprečno sestavo celotne količine izdelka, od katere je vzet.

Z dobavo (pošiljko) izdelkov je mišljena količina izdelkov, pripravljena za promet.

Z embalažnimi enotami izdelkov so mišljene ustrezne količine istovrstnih izdelkov, pakirane v posamično embalažo ustrezne prostornine, z obvezno oznako za identifikacijo.

Embalažne enote so lahko pakirane v zbirne embalažne enote.

S posamičnim (osnovnim) vzorcem izdelka je mišljena manjša količina izdelkov, vzeta z enega mesta proizvodne partije.

Serijski posamični vzorci iz prejšnjega odstavka mora biti vzeta z različnih mest proizvodne partije.

S skupnim vzorcem žit v razsutem stanju in mlevskih izdelkov mišljenih več posamičnih združenih in skrbno premešanih vzorcev iz ene proizvodne partije.

S skupnim vzorcem pekovskih izdelkov, testenin in hitro zamrznjenega testa je mišljenih več posamičnih vzorcev, vzetih iz ene proizvodne partije.

Z vzorcem za analizo izdelkov je mišljen vzorec, ki se dobi z reduciranjem skupnega vzorca in se uporablja za laboratorijsko analizo.

Vzorci žit iz pošiljke, katerih zrna so bila poškodovana med prevozom (z vodo idr.), se morajo jemati posebej in se ne smejo mešati z zdravimi zrnji.

Število vzorcev je odvisno od vrste izdelka, njegove mase oziroma prostornine, velikosti embalažne enote in izdelane količine oziroma pošiljke in se izloči za vsako vrsto izdelka na podlagi tabel 1, 2, 3, 4, 5 in 6.

Pribor in naprave (sonde, ročne lopatice idr.), ki se uporabljajo za jemanje vzorcev izdelkov, morajo imeti ustrezno velikost in prostornino ter biti čisti in suhi ter iz materiala, ki ne vpliva na kakovost, ki jo je imel izdelek pri pred odvzemom vzorcev.

Vzorci izdelkov za laboratorijsko analizo, ki niso v izvirnem pakiranju, se pakirajo v čiste in suhe posode iz stekla ali drugega primerne materiala, ki ne oksidira in v posode ali vrečke, ki so neprepustne za vlago in zrak. Embalaža ne sme vplivati na spremembo sestave in kakovosti vzetih vzorcev in se mora dati nepredušno zapreti.

Na posodah ali drugi vrsti embalaže z vzorcem morajo biti podatki iz deklaracije (obesne etikete ali nalepke), ki se pritrdi s pečatnim voskom ali svinčeno plombo, da bi bila zagotovljena izvirnost vzorca in da vzorca ne bi bilo mogoče odpreti, ne da bi se poškodovala pečat in pakiranje.

Zgoraj navedeni podatki morajo biti neizbrisni.

K vsakemu vzorcu za analizo morajo biti priloženi naslednji podatki:

- 1) prevozno sredstvo in njegova oznaka (številka);
- 2) kraj, iz katerega je odpremljena pošiljka;
- 3) kraj, v katerega je poslana pošiljka;
- 4) datum prispetja pošiljke;
- 5) količina izdelkov;
- 6) število vreč ali oznaka "razsuto";
- 7) vrsta izdelkov;
- 8) oznaka za identifikacijo ali številka partije;
- 9) firma oziroma ime in sedež prodajalca;
- 10) firma oziroma ime in sedež kupca;
- 11) številka in datum pogodbe;
- 12) datum končanega nakladanja oziroma razkladanja;
- 13) natančnejša oznaka kraja in datum jemanja vzorcev;
- 14) datum izdelave za mlevske izdelke, pekovske izdelke, testenine in hitro zamrznjeno testo;
- 15) podpisi oseb in pečat organizacije, ki je vzela vzorce.

Zapisnik o vzorčenju izdelkov mora uradna oseba, ki vzame vzorec za analizo in vpisati vanj podatke, pomembne za rezultate analize: stanje, v katerem je bil izdelek v času vzorčenja, pri čemer so mišljeni vidni znaki poškodb, nastalih pri prevozu ali v skladišču oziroma silosu.

V zapisnik se vpišejo podatki o načinu vzorčenja in vse okoliščine, ki so utegnile vplivati nanj.

Zapisnik iz prejšnjega odstavka podpišeta uradna oseba, ki vzame vzorec in stranka.

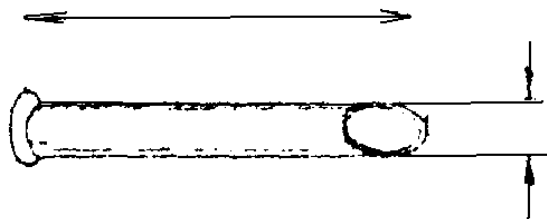
Vzorec izdelka se pošlje v analizo najkasneje v 48 urah po vzetju vzorca.

Za jemanje vzorcev žit in mlevskih izdelkov, ki so v vrečah, se uporablja sonda, prikazana na sliki 1.

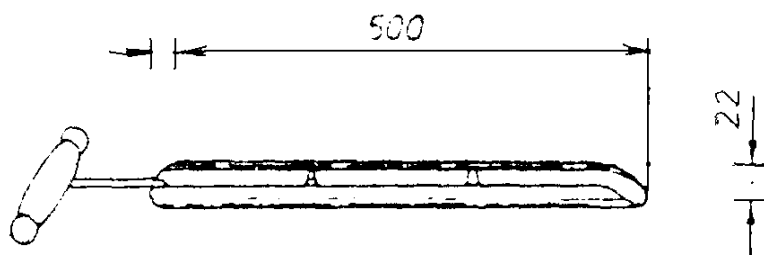
Vzorci žit in mlevskih izdelkov, ki so v razsutem stanju, se vzamejo s podaljšano sondo, prikazano na slikah 2 a in 2 b ali z valjasto sondo, prikazano na sliki 3.

Vzorci izdelkov žit in mlevskih izdelkov, ki so v razsutem stanju, se med prekladanjem vzamejo z valjasto sondo prikazano na sliki 4.

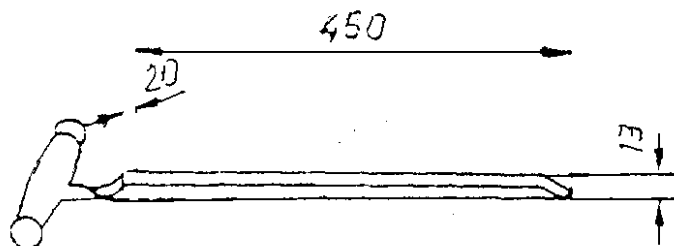
Za mešanje in redukcijo vzorcev se uporabljajo ročne lopate, prikazane na sliki 5 in razdeljevalec vzorca, prikazan na sliki 6.



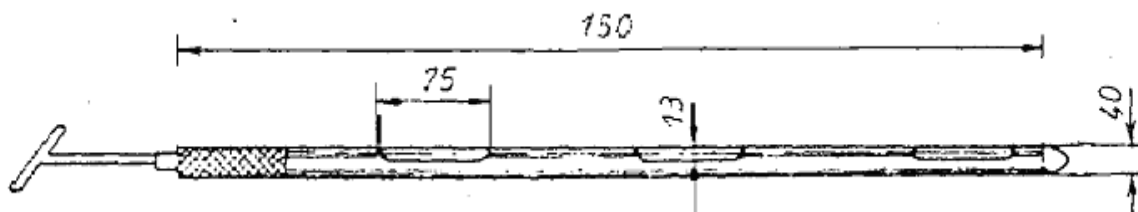
Slika 1. Sonda za jemanje vzorcev žit in mlevskih izdelkov, ki so v vrečah



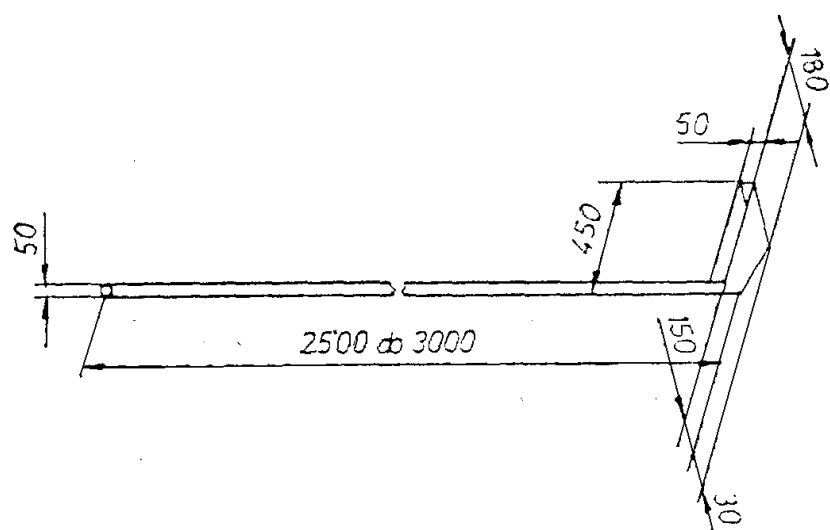
Slika 2 a. Podaljšana sonda za jemanje vzorcev žit in mlevskih izdelkov, ki so v razsutem stanju



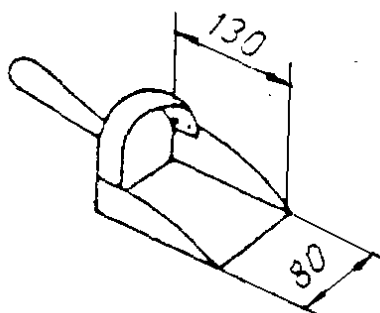
Slika 2 b. Podaljšana sonda za jemanje vzorcev žit in mlevskih izdelkov, ki so v razsutem stanju



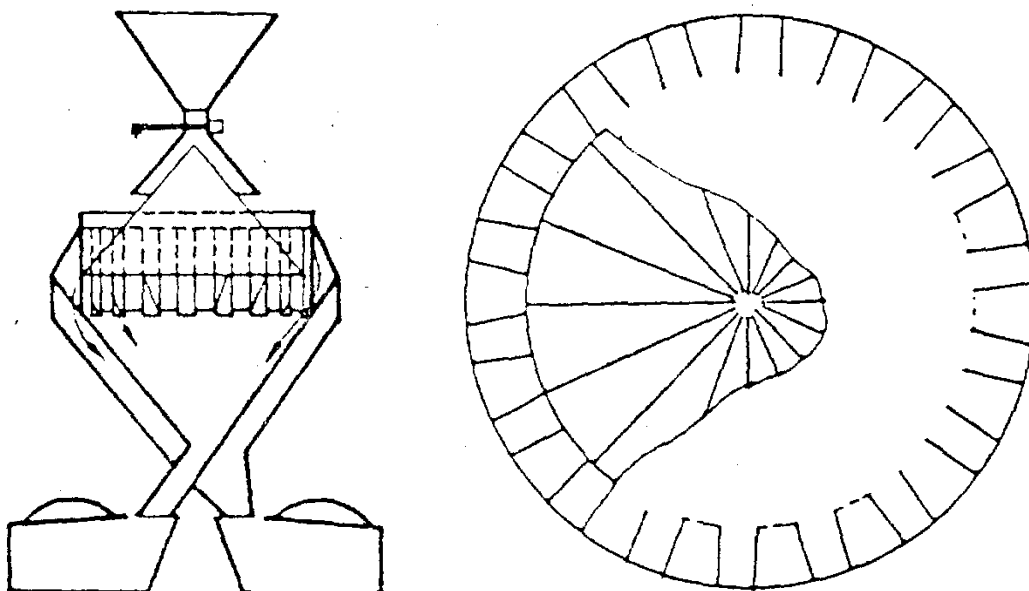
Slika 3. Valjasta sonda za jemanje vzorcev žit in mlevskih izdelkov, ki so v razsutem stanju



Slika 4. Valjasta sonda za jemanje vzorcev žit in mlevskih izdelkov



Slika 5. Ročna lopata



Slika 6. Razdeljevalec vzorca

1.2 Metode jemanja vzorcev žit in mlevskih izdelkov

Posamični vzorci žit in mlevskih izdelkov, ki se dobavljajo ali skladiščijo v razsutem stanju, se jemljejo s sondo:

1) iz vagonov, tovornjakov in podobno, odvisno od velikosti prevoznega sredstva - v vsej globini plasti (iz sredine in iz vsakega kota 500 mm od vsake stranice prevoznega sredstva), ali iz treh plasti (z vrha, sredine in z dna), število mest vzorčenj pa se določi na podlagi tabele 1.

Tabela 1. Določanje števila vzorčenj.

Velikost dobave	Število vzorčenj
manj kot 15 ton	5
15 do 30 ton	8
30 do 50 ton	11

2) iz vlekov in ladij med nakladanjem oziroma razkladanjem, in sicer v istih časovnih presledkih na najprimernejših delovnih mestih tako, da se posamični vzorci vzamejo v približno enakih količinah in z vseh ravni;

3) iz skladišč na razdalji največ 2 m med posameznimi mesti sondiranja, pri čemer se vzame enako število vzorcev iz zgornje in spodnje plasti, če uskladiščena masa ni višja od 0,75 m, iz zgornje, srednje in spodnje plasti pa, če je uskladiščena masa višja od 0,75 m.

Posamični vzorci žit in mlevskih izdelkov, ki so pakirani v vreče, se jemljejo z vrha, iz sredine in z dna vreče v enakih količinah, odvisno od števila vreč, kar se določi po tabeli 2.

Tabela 2. Število vzorcev glede na velikost dobave

Velikost dobave	Število vzorcev
manj kot 10 vreč	iz vsake vreče
od 10 do 100 vreč	10 naključno izbranih vreč
več kot 100 vreč	vzorci se jemljejo po podatkih v tabeli 3

Tabela 3. Število "a" glede na število vreč v dobavi

N	a	N	a	N	a
101 do 121	11	1601 do 1681	41	4901 do 5041	71
122 do 144	12	1682 do 1764	42	5042 do 5184	72
145 do 169	13	1765 do 1849	43	5185 do 5329	73
170 do 196	14	1850 do 1936	44	5330 do 5476	74
197 do 225	15	1937 do 2025	45	5477 do 5625	75
226 do 256	16	2026 do 2116	46	5626 do 5776	76
257 do 289	17	2117 do 2209	47	5777 do 5929	77
290 do 324	18	2210 do 2304	48	5930 do 6084	78
325 do 361	19	2305 do 2401	49	6085 do 6241	79
362 do 400	20	2402 do 2500	50	6242 do 6400	80
401 do 441	21	2501 do 2601	51	6401 do 6561	81
442 do 484	22	2602 do 2704	52	6562 do 6724	82
485 do 529	23	2705 do 2809	53	6725 do 6889	83
530 do 576	24	2810 do 2916	54	6890 do 7056	84
577 do 625	25	2917 do 3025	55	7057 do 7225	85

N	a	N	a	N	a
625 do 676	26	3026 do 3136	56	7226 do 7396	86
677 do 729	27	3137 do 3249	57	7397 do 7569	87
730 do 784	28	3250 do 3364	58	7570 do 7744	88
785 do 841	29	3365 do 3481	59	7745 do 7921	89
842 do 900	30	3482 do 3600	60	7922 do 8100	90
901 do 961	31	3601 do 3721	61	8101 do 8281	91
962 do 1024	32	3722 do 3844	62	8282 do 8364	92
1025 do 1089	33	3845 do 3969	63	8365 do 8649	93
1090 do 1156	34	3970 do 4096	64	8650 do 8336	94
1157 do 1225	35	4097 do 4225	65	8837 do 9025	95
1226 do 1296	36	4226 do 4356	66	9026 do 9216	96
1297 do 1369	37	4357 do 4489	67	9217 do 9409	97
1370 do 1444	38	4490 do 4624	68	9410 do 9604	98
1445 do 1521	39	4625 do 4761	69	9605 do 9801	99
1522 do 1600	40	4762 do 4900	70	9802 do 10000	100

Dobava se razdeli na nekaj skupin, tako da je v vsaki skupini "a" enot - vreč (zadnja skupina ima lahko manj kot "a" enot); iz vsake skupine pa se naključno izloči po ena enota, iz katere bo vzet vzorec. Število "a" se vzame iz tabele 3, v kateri N označuje število vreč v dobavi. Pri izločanju vreč, iz katerih bodo vzeti vzorci, mora biti zaporedna številka vreče v vsaki skupini drugačna.

Skupni vzorec za žita in mlevske izdelke v razsutem stanju, ki je oblikovan iz več posamičnih vzorcev, je treba dobro zmešati in reducirati do vzorca za analizo z razdeljevanjem vzorca (slika 6) ali po postopku četrtenja.

Potrebna količina vzorca za žita in mlevske izdelke v razsutem stanju je za vsako partijo 500 t navedena v tabeli 4.

Tabela 4. Potrebna količina vzorca za žita in mlevske izdelke v razsutem stanju

Zaporedna številka	Izdelek	Posamičen vzorec	Skupni vzorec	Vzorec za analizo
1	žita	največ 1 kg	100 kg	5 kg
2	mlevski izdelki	največ 1 kg	100 kg	3 kg

Od vzorca za analizo se oblikujeta dva primerka, ki se pošljeta za analizo oziroma superanalizo.

Če so žito in mlevski izdelki izvorno pakirani v embalažne enote manjših prostornin, je lahko vsaka naključno vzeta posamična enota vzorec. Število vzetih vzorcev se določi po tabeli 5.

Tabela 5. Določanje števila vzetih vzorcev

Izdelek	Količina, od katere se vzame vzorec	Število vzetih vzorcev
1. žito		
- za enote z maso do 1 kg	- za izdelke do 3 000 enot - za vsakih nadaljnjih 2 000 enot	najmanj 5 vzorcev še po 1 vzorec
- za enote z maso nad 1 kg	- za izdelke do 1 500 enot - za vsakih nadaljnjih 1 000 enot	najmanj 3 vzorci enot še po 1 vzorec
2. mlevski izdelki		
- za enote z maso do 1 kg	- za izdelke do 3 000 enot - za vsakih nadaljnjih 2 000 enot	najmanj 5 vzorcev še po 1 vzorec
- za enote z maso nad 1 kg	- za izdelke do 1 500 enot - za vsakih nadaljnjih 1 000 enot	najmanj 3 vzorci še po 1 vzorec

1.3 Metode jemanja vzorcev pekovskih izdelkov, testenin in hitro zamrznjenega testa

Posamični vzorci kruha in peciva, ki niso izvirno pakirani, se vzamejo po metodi sistematičnega vzorca, tako da se najprej določi skupno število primerkov izdelkov iste vrste in z enako maso ter deli z 10, dobljeni količnik pa je ključ, po katerem se jemljejo posamični vzorci.

Če so pekovski izdelki izvirno pakirani v embalažne enote manjših prostornin, je lahko vsaka posamična naključno vzeta enota vzorec za analizo. Število vzetih vzorcev se določi po tabeli 6.

Tabela 6. Število vzetih vzorcev za analizo glede na količino, od katere se vzame vzorec

Izdelki	Količina, od katere se vzame vzorec	Število vzetih vzorcev
Pekovski izdelki, testenine in hitro zamrznjeno testo		
- za enote z maso do 1 kg	- za izdelke do 3 000 enot - za vsakih nadaljnjih 2 000 enot	najmanj 5 vzorcev še po 1 vzorec
- za enote z maso nad 1 kg	- za izdelke do 1 500 enot - za vsakih nadaljnjih 2 000 enot	najmanj 3 vzorci še po 1 vzorec

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE ŽIT, MLEVSKIH IN PEKOVSKIH IZDELKOV, TESTENIN IN HITRO ZAMRZNJENEGA TESTA

2.1 Splošno

Fizikalno-kemijske analize, po katerih se kontrolira kakovost izdelkov, so:

I. ZA ŽITA IN MLEVSKE IZDELKE

- 1) določanje organoleptičnih lastnosti žit in mlevskih izdelkov;
- 2) določanje količine primesi v rži;
- 3) določanje količine primesi v koruzi;
- 4) določanje količine primesi v pšenici za predelavo;
- 5) določanje količine primesi v rižu;
- 6) določanje prostorninske mase žit;
- 7) določanje mase 1000 zrn;

- 8) določanje količine vode v žitu in mlevskih izdelkih (rutinska metoda);
- 9) določanje količine vode v koruzi (rutinska metoda);
- 10) določanje količine pepela v žitu in mlevskih izdelkih;
- 11) določanje količine v klorovodikovi kislini netopnega pepela (peska) v mlevskih izdelkih;
- 12) določanje količine surovih beljakovin v žitu in mlevskih izdelkih (makro postopek);
- 13) določanje sedimentacijske vrednosti v pšenici za predelavo (po Zelenyju);
- 14) določanje količine surove celuloze v žitu in mlevskih izdelkih (Weendejeva metoda);
- 15) določanje količine maščob po Weibull-Stoldt v žitu in mlevskih izdelkih;
- 16) določanje kislinske stopnje v žitu in mlevskih izdelkih;
- 17) določanje kislinske stopnje v pšeničnih kalčkih;
- 18) določanje nečistoč ("filth" test - deli insektov, jajčec, iztrebkov in dlak v mlevskih izdelkih);
- 19) določanje okuženosti žitne mase z insekti;
- 20) določanje navzočnosti pršice v žitu;
- 21) določanje poškodb žita, ki so jih povzročile poljske stenice;
- 22) dokazovanje zastopanosti moke drugih žit v pšenični moki - mikroskopska analiza;
- 23) dokazovanje in določanje koruzne moke v pšenični moki;
- 24) dokazovanje sojine moke v pšenični moki;
- 25) določanje fizikalnih lastnosti pšenične moke z Brabenderovim farinografom;
- 26) določanje fizikalnih lastnosti pšenične moke z Brabenderovim ekstenzografom;
- 27) določanje aktivnosti alfa-amilaze z Brabenderovim amilografom;
- 28) določanje količine škroba po Ewersu.

II. ZA PEKOVSKÉ IZDELKE

- 1) določanje količine vode;
- 2) določanje kislinske stopnje kruhove sredice - volumetrijsko določanje;
- 3) določanje količine surovih beljakovin (makro postopek);
- 4) določanje količine maščob po Weibull-Stoldt;
- 5) določanje količine mleka iz količine laktoze;
- 6) določanje količine natrijevega klorida iz alkaliziranega pepela;
- 7) določanje količine pepela;
- 8) določanje količine surove celuloze;
- 9) določanje količine celotnih sladkorjev po Luff-Schoorlu;
- 10) določanje količine laktoze;
- 11) določanje (ocena) kakovosti osnovnih vrst pšeničnega kruha.

III. ZA TESTENINE

- 1) organoleptična ocena testenin;
- 2) določanje odstotka razkuhanosti testenin;
- 3) določanje povečanja volumna testenin pri kuhanju;
- 4) dokazovanje umetne barve;
- 5) določanje količine vode;
- 6) določanje kislinske stopnje;
- 7) določanje količine lipidov.

IV. ZA HITRO ZAMRZNJENO TESTO

- 1) metoda priprave vzorca;
- 2) določanje količine vode;
- 3) določanje količine surovih beljakovin (makro postopek);
- 4) določanje količine maščob po Weibull-Stoldt;
- 5) določanje količine celotnih sladkorjev po Luff-Schoorlu;
- 6) določanje količine laktoze.

Natančnost določanja metod fizikalno-kemijskih analiz se določi po načelih sodobne tehnološke prakse, izraža pa kot srednja vrednost najmanj dveh določanj, ki ju je vzporedno ali takoj drugo za drugim na istem vzorcu za analizo opravil isti analitik v istem laboratoriju.

2.2 Fizikalno-kemijske analize žit in mlevskih izdelkov

2.2.1 Določanje organoleptičnih lastnosti žit in mlevskih izdelkov

Princip

Princip temelji na organoleptičnih analizah vonja, okusa in barve žit in mlevskih izdelkov.

Postopek

A) Določanje vonja žit in mlevskih izdelkov

Približno 100 g očiščenega žita zdrobimo v popolnoma čistem laboratorijskem mlinu, ki je brez vonja. V 150 ml čašo odtehtamo 20 g drobljenca ali mlevskega izdelka in prelijemo s 100 ml vode, segrete pri temperaturi 60 °C. Suspenzijo homogeniziramo s stekleno palčko in takoj ocenimo navzočnost tujega vonja. Če trije od petih ocenjevalcev opazijo kakšen tuj vonj, se šteje, da je ta vonj določen.

Tuji vonj so lahko vonji po trohlobi, škodljivcih, plesni, kisel vonj, vonj po vrenju, dimu, žveplu in drugo.

Vsi navedeni vonji so lahko različne intenzivnosti: slabo izraženi, izraženi in zelo izraženi.

B) Določanje okusa žit in mlevskih izdelkov

Odtehtamo približno 20 g očiščenega žita in ga zmeljemo v čistem laboratorijskem mlinu, ki nima nobenega vonja. 2 g zmletga žita prežvečimo in ocenimo značilnost. Z značilnim okusom je mišljen blag in najpogosteje nevtralen okus, medtem ko ima pokvarjeno zrno žita kisel, grenak ali plesniv okus ipd.

Po enakem postopku ocenimo značilen okus mlevskih izdelkov.

C) Določanje vonja koruze

Od vzorca za analizo odtehtamo 100 g zrn in jih prenesemo v 100 ml bučko z brušenim zamaškom, ki jo 30 min pustimo v sušilniku pri temperaturi od 35 do 40 °C.

Bučko nato vzamemo iz sušilnika, hitro odpremo in ugotovimo vonj.

Če vonj ni značilen, vpišemo v poročilo o analizi, da je bil ugotovljen tuj vonj, ter določimo njegov izvor.

D) Določanje barve koruze

Odtehtamo 100 g koruznih zrn. Barvo ocenimo pri dnevni svetlobi in jo primerjamo z barvo določenega standardnega vzorca.

E) Določanje okusa koruze

Od vzorcev za analizo odtehtamo 100 g zrn, izločimo primesi neorganskega in živalskega izvora, nečistoče organskega izvora in seme plevla. Prečiščeni vzorec zmeljemo in iz te mase odtehtamo 50 g drobljenca, ga homogeniziramo in pomešamo s 100 ml vodovodne vode. Suspenzijo segrevamo, dokler ne zavre, maso premešamo, ohladimo do temperature od 30 do 40 °C, nato pa določimo okus.

Če okus ni značilen za zdrava zrna, vpišemo v poročilo, kar smo ugotovili z analizo, in opombo, da je ugotovljen tuj okus.

2.2.2 Določanje količine primesi v rži

Princip

Princip temelji na ločevanju in tehtanju primesi iz vzorca rži.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) razdeljevalec vzorca;
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) sita s podolgovatimi zaobljenimi luknjicami - ročna, vibracijska ali stresalna sita z luknjicami:
 - 1,8 mm x 20 mm,
 - 1,7 mm x 20 mm,
 - 1,0 mm x 20 mm.

Postopek

Odtehtamo 250 g vzorca (a) z natančnostjo 0,1 g in najmanj 30 s sejemo skozi sito z luknjicami 1 mm x 20 mm. Če sejemo ročno, moramo sito enakomerno premikati z leve na desno in nazaj v smeri dolžine luknjic sita.

Iz ostanka na situ izločimo kamenčke, kepice zemlje, dele slame, pleve ipd. ter stehtamo kot nečistoče tujega izvora skupaj s presevkom skozi sito z luknjicami 1 mm x 20 mm z natančnostjo 0,01 g (b).

Dele insektov, pršice in žitne škodljivce dodamo izločenim nečistočam tujega izvora, podatke o njih pa prikažemo ločeno v kos/kg rži.

Iz ostanka na situ z luknjicami 1 mm x 20 mm z razdeljevalcem vzorca (ali četrtenjem) izločimo približno 50 do 100 g (c) vzorca za analizo in stehtamo z natančnostjo 0,1 g. Vzorec za analizo razprostremo v tanki plasti po mizi in s pinceto izločimo naslednje vrste poškodovanih zrn in zrn drugih žit: polomljena zrna (d), zrna drugih žit (e), vzklila zrna (f), izgrizena zrna (g), zrna, poškodovana pri sušenju (h), seme plevela (j), rženi rožiček (k) in pokvarjena zrna (l).

Če so v vzorcu za analizo zrna rži v plevicah, moramo ta zrna ročno oluščiti, plevice pa dodati nečistočam tujega izvora (b).

Vzorec za analizo nato 0,5 min sejemo skozi sito z luknjicami 1,8 mm x 20 mm oziroma 1,1 mm x 20 mm, odvisno od vrste rži. Presevek skozi sito vštevamo v vrsto primesi gluha zrna (m), enako tudi nezrela zrna iz ostanka na situ.

Izračunavanje

Vse vrste izločenih primesi in očiščeni ostanek s sita z luknjicami 1 mm x 20 mm (n) stehtamo z natančnostjo 0,01 g. Če se pri vzorcu za analizo seštevek d, a, f, g, h, j, k, l, m, n odmika od vrednosti c več kot za 0,5 %, moramo analizirati nov vzorec.

Odstotek nečistoč tujega izvora izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{odstotek nečistoč } A = \frac{b}{a} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa vzorca (250 g) v g;

b - masa nečistoč tujega izvora v g.

Odstotek poškodovanih zrn in zrn drugih žit (d do m) izračunamo naslednji formuli:

$$\text{odstotek poškodovanih zrn in zrn drugih žit } B = x \cdot \frac{a - b}{a \cdot s} \cdot 100$$

kjer je:

x - masa ustrezne vrste primesi v g;

a - masa vzorca (250 g) v g;

b - masa nečistoč tujega izvora v g;

s - seštevek mase (od d do m).

Rezultate prikažemo z dvema decimalkama, natančnost pa mora biti 0,1 %, razen vrednosti za seme plevela in rženi rožiček, kjer je natančnost 0,01 %.

Ponovljivost

Pri vzporednih določanjih na istem vzorcu razlika v količini vseh primesi ne sme biti večja kot 10 %.

Opomba: Zrna z dvema poškodbama ali več spadajo v vrsto primesi, ki se ocenjuje kot najhujša poškodba.

2.2.3 Določanje količine primesi v koruzi**Princip in uporaba**

Princip temelji na presejanju in ročnem izločanju vseh primesi iz vzorcev za analizo.

Metodo uporabljamo za določanje raznih primesi v koruzi.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) razdeljevalec vzorca;
- 2) analitsko tehtnico z natančnostjo 0,01 g;
- 3) sito z okroglimi luknjicami s premerom 5 mm.

Postopek

Z razdeljevalcem ali postopkom četrtjenja reduciramo vzorec za analizo na maso 100 g.

Reducirani vzorec v tanki plasti razprostremo po mizi in s pinceto izločimo naslednje primesi:

- druga žita;
- vzknila zrna;
- izgrizena zrna;
- zrna, poškodovana pri umetnem sušenju;
- pokvarjena zrna;
- zrna plevela;
- nečistoče organskega izvora;
- nečistoče neorganskega izvora;
- primesi živalskega izvora.

Izločimo tudi vsa zelena oziroma nezrela zrna.

Tako očiščeni vzorec sejemo 30 s skozi sito z okroglimi luknjicami s premerom 5 mm. Zrna, ki padejo skozi sito, so gluha ali polomljena zrna. Gluhim zrnom dodamo tudi poprej ročno izločena zelena oziroma nezrela zrna.

Izračunavanje

Vse izločene primesi in očiščeni ostanek s sita stehtamo z natančnostjo 0,01 g.

Če seštevke mas primesi in očiščenega ostanka odstopa od začetne mase reduciranega vzorca več kot za 0,5 %, moramo analizo ponoviti na drugem vzorcu.

Količino vseh primesi izražamo v odstotkih glede na začetno maso reduciranega vzorca.

Izračunano z natančnostjo 0,1 %, razen za nečistočo neorganskega izvora, za katero je natančnost 0,01 %.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki sta za določanje skupnih primesi opravljeni vzporedno ali takoj drugo za drugim, ne sme biti večja od 10 %.

2.2.4 Določanje količine prinesi v pšenici za predelavo

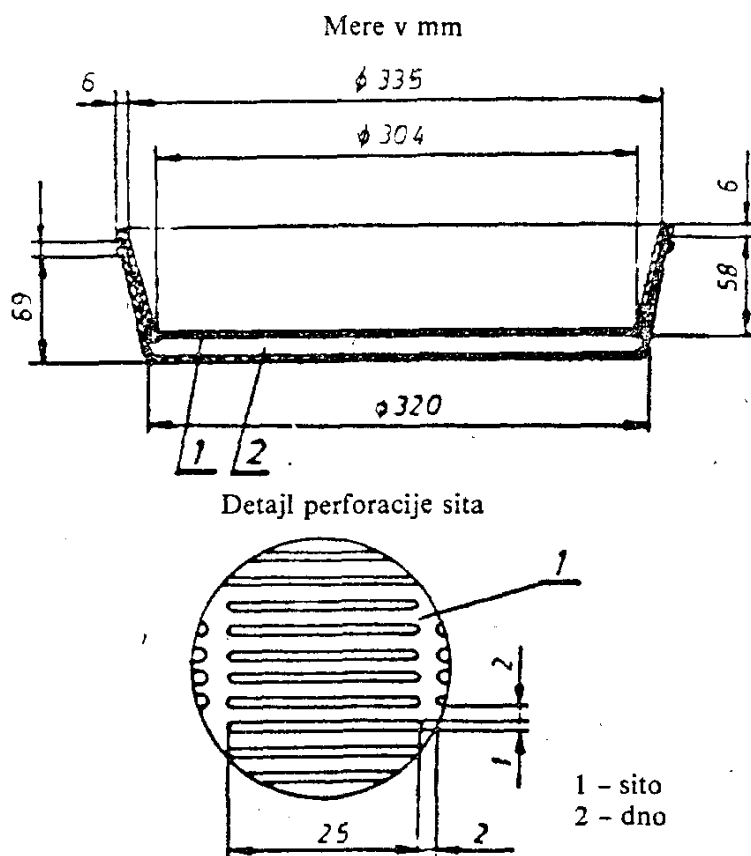
Princip

Princip temelji na ločevanju in tehtanju primesi iz vzorca pšenice za predelavo.

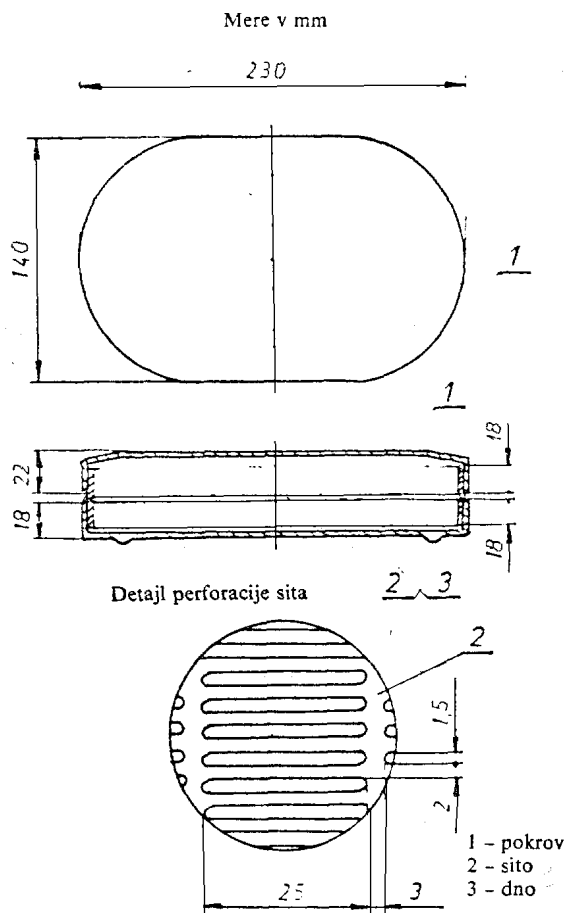
Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) razdeljevalec vzorca;
- 2) analitsko tehtnico z natančnostjo 0,01 g;
- 3) sita z luknjicami 1 x 25 mm in 2 x 25 mm - ročna, vibracijska ali stresalna, prikazana na slikah 7 in 8.



Slika 7. Sito za določanje deleža nečistoč – oblika in dimenzije



Slika 8. Sito za določanje deleža gluhih in polomljenih zrn

Priprava vzorca

Količino primesi (nečistoč organskega izvora in neorganske primesi) določimo na vzorcu za analizo (a) z maso najmanj 500 g. Vse druge primesi določimo na podvzorc (c) z maso 50 do 100 g, izločimo pa ga iz vzorca za analizo z razdeljevalcem ali s postopkom četrtenja.

Postopek

Odtehtamo najmanj 500 g vzorca za analizo (a) z natančnostjo 0,1 g in presejemo skozi sito z luknjicami 1 x 25 mm. Presejemo ročno z enakomernim premikanjem sita z leve na desno iz nazaj v smeri dolžine luknjic sita. Nečistoče, ki ostanejo v luknjicah sita, moramo vrniti v maso vzorca pšenice, ki ni padla skozi sito. Po vsakem sejanju moramo vse dele sita očistiti.

Iz ostanka na situ izločimo večje neorganske primesi (kamenčke, kepice zemlje ipd.) in večje nečistoče organskega izvora (slama, pleve ipd.).

Večje neorganske primesi stehtamo skupaj z neorganskimi primesmi, ki so padle skozi sito. Skupaj z drugimi nečistočami organskega izvora stehtamo tudi dele insektov, insekte in pršice.

Če so insekti iz skupine žitnih škodljivcev, moramo podatke zanje prikazati ločeno v kos/kg pšenice.

Iz ostanka na situ z luknjicami 1 x 25 mm izločimo z razdeljevalcem vzorca ali s postopkom četrtenja podvzorec (c) in ga stehtamo z natančnostjo 0,1 g. Podvzorec razprostremo po mizi v tanki plasti in s pinceto izločimo naslednje primesi:

- druga žita (d);
- vzknila zrna (e);
- izgrizena zrna (f);

- seme plevela (g);
- ržene rožičke (h);
- pokvarjena zrna (i);
- snetljiva zrna (j);
- zrna, poškodovana pri umetnem sušenju (k).

Izločimo tudi vsa zelena oziroma nezrela zrna.

Če so v podvzorcu deli pšeničnega klasa ali pšenična zrna v plevicah, ta zrna oluščimo ročno. Te dele klasa in plevice dodamo nečistočam organskega izvora.

Tako očiščeni podvzorec presejemo skozi sito z luknjicami 2 x 25 mm. Presejemo z enakomernim premikanjem sita z leve na desno in nazaj v smeri dolžine luknjic sita; sejemo najmanj 30 s. Zrna, ki padejo skozi sito, so gluha in polomljena zrna (l). Gluhim zrnom dodamo tudi poprej ročno izločena zelena oziroma nezrela zrna.

Zrna, ki ostanejo v luknjicah, moramo vrniti v pšenično maso, ki ni padla skozi sito. Po vsakem presevanju moramo očistiti vse dele sita.

Izračunavanje

Vse primesi in očiščeni ostanek (m) s sita z luknjicami 2 x 25 mm stehtamo z natančnostjo 0,01 g. Če v enem podvzorcu seštevek mas primesi (d), (e), (f), (g), (h), (i), (j) in (k) in očiščenega ostanka (m) odstopa od mase podvzorca (c) več kot za 0,5 %, moramo analizirati nov podvzorec.

1) Nečistoča organskega izvora (A) je izražena v odstotkih in jo izračunamo po naslednji formuli:

$$A = \frac{b_1}{a} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa vzorca za analizo v g;

b₁ - masa nečistoče organskega izvora v g.

2) Neorganske primesi (B) so izražene v odstotkih in jih izračunamo po naslednji formuli:

$$B = \frac{b_2}{a} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa vzorca za nalizo v g;

b₂ - masa neorganskih primesi v g.

3) Druge vrste primesi (C), označene od (d) do (k), so izražene v odstotkih in jih izračunamo po naslednji formuli:

$$C = X \cdot \frac{a - b}{a \cdot s} \cdot 100$$

kjer je:

X - masa ustrezne vrste primesi v g;

a - masa vzorca za analizo v g;

b - masa nečistoč organskega izvora in neorganskih primesi (b₁ + b₂) v g;

s - seštevek mas od (d) do (m) v g.

Izračunamo z natančnostjo 0,01 %, podatke v poročilu pa prikažemo z natančnostjo 0,1 %, razen za vrste seme plevela, rženi rožiček, snetljiva zrna, za katere so podatki dani z natančnostjo 0,01 %.

Primer za izračunavanje primesi:

$a = 800$ g (masa vzorca za analizo);

$b_1 = 2,00$ g (masa organskih nečistoč, izločenih iz (a));

A = odstotek organskih nečistoč:

$$A = \frac{2}{800} \cdot 100 = 0,25 \%$$

$a = 800$ g;

$b_2 = 1,2$ g (masa neorganskih nečistoč, izločenih iz (a));

B = odstotek neorganskih nečistoč:

$$B = \frac{1,2}{800} \cdot 100 = 0,15 \%$$

$c = 80$ g (masa podvzorca);

$m = 70,00$ (masa ostanka zrn po izločitvi vseh primesi iz podvzorca);

$s = 79,5$ g (seštevek mas vseh primesi, izločenih iz podvzorca in mase m);

$l = 2,5$ g (masa polomljenih in gluhih zrn);

L = odstotek polomljenih in gluhih zrn;

$$L = 2,5 \cdot \frac{800 - 3,2}{800 \cdot 79,5} \div 100$$

$$L = 3,1 \%$$

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj vseh primesi, opravljenih vzporedno ali takoj drugo za drugim, ne sme biti večja od 10 %.

2.2.5 Določanje količine primesi v rižu

Princip

Princip temelji na izločanju in tehtanju primesi iz riževega vzorca.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) razdeljevalec vzorca;
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) pinceto;
- 4) sito.

Postopek

Odtehtamo 250 g vzorca (a) z natančnostjo 0,1 g in ga presejemo skozi sito z luknjicami 1 mm x 25 mm; sejemo 30 s. Če sejemo ročno, premikamo sito enakomerno z leve na desno in nazaj v smeri dolžine luknjic sita.

Tisto, kar je padlo skozi sito z luknjicami 1 mm x 25 mm (b), stehtamo z natančnostjo 0,01 g in označimo kot nečistoče tujega izvora.

Dele insektov in žitne škodljivce dodamo izločenim nečistočam tujega izvora, podatke zanje pa prikažemo ločeno v kos/kg riža.

Iz ostanka na situ izločimo z razdeljevalcem vzorca ali s postopkom četrtenja približno 100 g vzorca za analizo in ga stehtamo z natančnostjo 0,1 g.

Vzorec za analizo razprostremo v tanki plasti po mizi in s pinceto izločimo naslednje vrste poškodovanih zrn in zrn drugih žit:

- tuja žita (c);
- druge sorte riža (d);
- porumenela zrna (ali temnorjava zrna pri parboiled rižu (e);
- kredasta ali nezrela zrna (f);
- zrna z rdečo liso (g);
- polomljena zrna, manjša od 2/3 velikosti zrna (h);
- polomljena zrna, manjša od 1/3 velikosti zrna (i);
- izgrizena zrna (j);
- pokvarjena zrna (k);
- dele riža (l);
- pleve in plevice (m).

Izračunavanje

Vse vrste izločenih primesi in očiščeni ostanek s sita stehtamo z natančnostjo 0,01 g. Če v vzorcu za analizo seštevek od (c) do (m) odstopa od vrednosti c več kot za 0,5 %, moramo analizirati nov vzorec.

Odstotek nečistoč tujega izvora izračunamo takole:

$$A = \frac{b}{a} \cdot 100$$

kjer je:

A - odstotek nečistoč

a - masa vzorca v g;

b - masa nečistoč tujega izvora v g.

Odstotek poškodovanih zrn in zrn drugih žit (c do m) izračunamo takole:

$$B = X_i \cdot \frac{a - b}{a \cdot s} \cdot 100$$

kjer je:

B - odstotek poškodovanih zrn in zrn drugih žit

X_i - masa ustrezne vrste primesi v g;

a - masa vzorca v g;

b - masa nečistoč tujega izvora v g;

s - seštevek mase (od c do m).

Rezultate prikažemo z dvema decimalkama, natančnost pa mora biti 0,1 %.

Ponovljivost

Pri vzporednih določanjih na istem vzorcu odstop pri deležu vseh primesi ne sme biti večji od 10 %.

2.2.6 Določanje prostorninske mase žit

Princip in uporaba

Princip temelji na določanju prostorninske mase žit, izražene v kg/mg^3 . Uporabljamo ga za vse vrste žit, za pšenico pa preračunamo na 13 % vode.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) Schopperjevo tehtnico 0,250 l s pripadajočimi deli;
- 2) tabela za odčitavanje mase; za koruzo uporabljamo tabele za odčitavanje vrednosti za ječmen.

Postopek

Najprej preverimo natančnost Schopperjeve tehtnice tako, da obesimo na eno stran merilni valj, v katerem je bat, na drugo pa skodelico za uteži. Nato merilni valj snamemo s tehtnice in iz njega vzamemo bat. Valj postavimo na podstavek, porinemo skozi njegovo odprtino nož, na katerega namestimo bat, na merilni valj pa pritrdimo cev za vsipanje.

Vzorec za analizo razprostremo po površini mize in razdelimo po postopku četrtjenja. Nato z vseh kvadratov vzamemo z lopatico enako količino žita in ga damo v cev za vsipanje do oznake. Z razdalje 4 cm od vrha valja vsujemo žito iz cevi s takšno hitrostjo, da se valj s prostornino 0,250 l napolni v 8 s. Če ima Schopperjeva tehtnica lij, čas polnjenja avtomatično reguliramo. Žito mora padati v sredo valja in ga ne smemo zravnavati z robom valja. Merilni valj pridržimo, nož pa hitro, brez tresljajev izvlečemo, pri čemer bat skupaj z žitom nad njim hitro pade na dno merilnega valja. Nož znova porinemo v odprtino, žito nad njim povsem odstranimo, izvlečemo nož, valj pa obesimo na tehtnico in tehtamo.

Izračunavanje

Za dobljeno oziroma odčitano maso žitnih zrn odčitamo iz tablice vrednost, izraženo v kg. Dobljeno vrednost pomnožimo z 10 in dobimo prostorninsko maso, izraženo v kg/m^3 .

Prostorninsko maso preračunamo na vlago 13 % po naslednji formuli:

$$m = \frac{(m_1 - 680) \cdot (13,0 - V)}{30,0 - V}$$

kjer je:

m - prostorninska masa, obračunana na vlago 13 %;

m_1 - prostorninska masa v kg/m^3 (vrednost iz tablice pomnožimo z 10);

V - odstotni delež vlage pšenice.

Rezultati analize so izraženi z eno decimalko.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je hkrati ali drugo za drugim opravil isti analitik, sme biti največ 1 g.

2.2.7 Določanje mase 1000 zrn

Uporaba

Metodo uporabljamo za določanje mase 1000 zrn. Masa 1000 zrn je masa suhe snovi 1000 nepoškodovanih žitnih zrn.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) razdeljevalec vzorca;
- 2) aparat, primeren za štetje (na primer števnik s fotocelico); če nimamo aparata, lahko štejemo ročno;
- 3) tehnično tehtnico;
- 4) pinceto.

Postopek

Od vzorca za analizo odštejemo z aparatom za štetje ali ročno dvakrat po 500 celih zrn brez primesi, stehamo z natančnostjo 0,1 g in seštejemo vrednosti.

Izračunavanje

Maso 1000 zrn izračunamo po naslednji formuli:

$$M = \frac{m \cdot (100 - V)}{100}$$

kjer je:

- M - masa suhe snovi 1000 žitnih zrn;
- m - masa 1000 zrn z naravno vlago v g;
- V - odstotni delež vlage v zrnu žita.

Ponovljivost

Razlika med maso 500 zrn z naravno vlago sme biti do 5 % srednje vrednosti dveh določanj za žito, katerega masa 1000 zrn je do 100 g, za žito, katerega masa 1000 zrn je večja od 100 g, pa sme biti razlika 10 % te vrednosti.

Opomba: Če so v vzorcu oluščena in neoluščena zrna, jih moramo ločiti v skupini in določiti maso 1000 zrn posebej za vsako skupino.

2.2.8 Določanje količine vode v žitu in mlevskih izdelkih (rutinska metoda)**Princip in uporaba**

Metodo uporabljamo za določanje količine vode v žitu in mlevskih izdelkih, razen v koruzi. Princip temelji na mletju vzorca žita, po potrebi pa na kondicioniranju in sušenju vzorca pri temperaturi od 130 do 133 °C. Izguba mase, izražena v odstotkih, označuje količino vlage v vzorcu.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) analitsko tehtnico (minimalna natančnost $\pm 0,001$ g);
- 2) laboratorijski mlin, izdelan iz materiala, ki ne absorbira vlage, se zlahka čisti in omogoča hitro in enakomerno drobljenje brez večjega segrevanja in čim bolj preprečuje stik žita z zunanjim zrakom in se da naravnati na določeno velikost delcev;
- 3) kovinske posodice za sušenje s pokrovom, odporne proti koroziji; če nimamo kovinskih posodic, lahko uporabimo tudi steklene posodice s pokrovom, ki omogočajo tako razdelitev vzorca, da 1 cm³ vsebuje 0,3 g substance;
- 4) električni sušilnik z nastavitvijo in naravnavanjem temperature od 130 do 135 °C, tako da mora temperatura med pregradami, v katerih so vzorci, znašati 130 do 133 °C. Sušilnik mora biti take toplotne zmogljivosti, da poprej nastavljen na temperaturo 131 °C lahko doseže to temperaturo v manj kot 45 min. Kroženje toplega zraka v sušilniku mora biti tako, da se vzorci enakomerno sušijo in da po sušenju, ki traja 1,2 h, razlika v količini vode posušenih vzorcev ne sme biti večja od 0,15 g za 100 g vzorca;
- 5) eksikator z učinkovitim sušivom.

Priprava vzorca**1. Izdelki, ki jih ni treba mleti**

Vzorca, ki vsebuje v masi 90 % delcev s premerom manj kot 1 mm in 10 % delcev s premerom manj kot 1,7 mm, pred določanjem količine vode ni treba zmleti, pač pa ga dobro premešamo.

Mlevskih izdelkov, kot so otrobi in kalčki, ni treba mleti.

2. Izdelki, ki jih moramo mleti

Če delci izdelkov ne ustrezajo granulometrijskim značilnostim, navedenim v 1. točki (priprava vzorca), moramo izdelek zmleti brez kondicioniranja ali s kondicioniranjem.

3. Mletje izdelkov brez predhodnega kondicioniranja

Izdelke, ki vsebujejo med 1 in 17 % vode (m/m), pri ovsu pa do 15 % (m/m), zmeljemo brez kondicioniranja.

Laboratorijski mlin naravnamo tako, da dobimo delce z velikostjo iz 1. točke (priprava vzorca) te metode. Majhno količino vzorca zmeljemo in odvržemo. Nato hitro zmeljemo količino vzorca, ki mora biti malo večja od količine, potrebne za analizo. Zmleti vzorec damo v poprej posušeno posodo s pokrovom in stehtamo z natančnostjo 0,001 g.

4. Mletje izdelkov s predhodnim kondicioniranjem

Izdelke, ki vsebujejo količino vode, večjo od 17 % (m/m) ali manjšo od 7 % (m/m), kondicioniramo tako, da dobimo količino vode med 7 in 17 % (m/m), pred mletjem.

Če je količina vode večja od 17 % (m/m), pri ovsu pa 15 %, moramo vzorec poprej posušiti. Odtehtamo količino vzorca, ki bo po sušenju nekoliko večja od količine, potrebne za analizo, in jo sušimo v tanki plasti 7 do 10 min (pri temperaturi 130 do 133 °C) in hladimo 2 h pri sobni temperaturi v odkriti posodi za sušenje.

Če je količina vode manjša od 7 % (m/m), odtehtamo količino vzorca, ki bo po kondicioniranju nekoliko večja od količine, potrebne za analizo, in jo pustimo pri sobni temperaturi, dokler ni količina vode v navedenem razponu od 7 do 17 %, pri ovsu pa 15 %.

Po kondicioniranju stehtamo vzorec z natančnostjo 0,001 g in ga takoj zmeljemo v mlinu do granulacije, navedene v 1. točki (priprava vzorca).

Postopek

Od pripravljenega in zdrobljenega vzorca odtehtamo 5 do 6 g v poprej posušeno in stehtano posodo s pokrovom in stehtamo z natančnostjo 0,001 g. Odkrito posodo z vzorcem in pokrovom postavimo v sušilnik in pustimo 90 min. Čas sušenja računamo od trenutka, ko temperatura sušilnika po vnosu posode doseže 130 do 133 °C. Po sušenju vzamemo posodo hitro iz sušilnika, jo pokrijemo s pokrovom, v eksikatorju ohladimo in stehtamo z natančnostjo 0,001 g.

Pri analizi vsakega vzorca opravimo dve vzporedni določanji.

Izračunavanje

Količino vode izražamo v odstotkih mase vzorca in jo izračunamo po naslednji formuli:

a) vzorec brez poprejšnjega kondicioniranja

$$\text{količina vode (v \%)} = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \cdot 100$$

kjer je:

m_0 - masa vzorca v g;

m_1 - masa vzorca po sušenju v g.

b) vzorec s poprejšnjim kondicioniranjem

$$\text{količina vode (v \%)} = (m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \frac{100}{m_2} = 100 \cdot \left(1 - \frac{m_1 \cdot m_3}{m_0 \cdot m_2}\right)$$

kjer je:

m_0 - masa vzorca v g;

m_1 - masa vzorca po sušenju v g;

m_3 - masa vzorca po kondicioniranju v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, opravljenih vzporedno ali takoj drugo za drugim, ne sme biti večja od 0,15 g vode v 100 g vzorca.

2.2.9 Določanje količine vode v koruzi (rutinska metoda)

Princip

Princip temelji na predhodnem sušenju zrn, ki jih nato zmeljemo in 3 h sušimo v sušilniku pri temperaturi 105 °C. Izguba mase, izražena v odstotkih, označuje količino vode. Metodo uporabljamo pri določanju vode, v koruznih zrnih.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) analitsko tehtnico (minimalna natančnost $\pm 0,001$ g);
- 2) kovinske posode za sušenje, odporne proti koroziji, s pokrovom, ki se dobro prilega k posodi, s premerom 50 do 60 mm in minimalno višino 25 mm;
- 3) električni sušilnik z nastavitvijo in naravnavanjem temperature na $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$;
- 4) eksikator z učinkovitim sušivom;
- 5) mlin za mletje vzorca s sitom s kvadratnimi luknjicami 1 mm^2 .

Priprava vzorca (kondicioniranje)

Če je količina vode večja od 17 % (m/m), moramo vzorec delno posušiti. Odtehtamo maso vzorca, ki bo po sušenju nekoliko večja od 5 g, sušimo 7 do 10 min in hladimo 2 h pri sobni temperaturi v odkriti posodi za sušenje.

Če je količina vode manjša od 7 % (m/m), odtehtamo maso vzorca, ki bo po sušenju nekoliko večja od 5 g, in jo pustimo pri sobni temperaturi, dokler ni količina vode v navedenem razponu od 7 do 17 %.

Postopek

Vzorec zmeljemo, tako da gre skozi sito s kvadratnimi luknjicami 1 mm. V merilne, poprej posušene posode, odtehtamo 5 do 6 g vzorca z natančnostjo 0,001 g in ga damo v sušilnik. Pokrov snamemo in ga pustimo poleg posode. Sušimo približno 3 h od trenutka, ko temperatura sušilnika po vnosu posod doseže 105 °C. Po sušenju pokrijemo posode s pokrovom, jih 30 do 45 min hladimo v eksikatorju in stehtamo z natančnostjo 0,001 g.

Izračunavanje

Količino vode izražamo v odstotkih mase in jo izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina vode (v \%)} = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100}{(m_1 - m_2)}$$

kjer je:

m_0 - masa prazne posode s pokrovom v g;

m_1 - masa vzorca s posodo in pokrovom pred sušenjem v g;

m_2 - masa vzorca s posodo in pokrovom po sušenju v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti, rezultat pa izrazimo z eno decimalko.

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, opravljenih vzporedno ali takoj drugo za drugim, ne sme biti večja od 0,2 g vode v 100 g vzorca.

2.2.10 Določanje količine pepela v žitu in mlevskih izdelkih**Princip in uporaba**

Princip temelji na sežiganju vzorca pri temperaturi $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ in tehtanju dobljenega ostanka.

Metodo uporabljamo pri določanju pepela v žitu in mlevskih izdelkih, namenjenih za človekovo prehrano.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednjo aparaturu in pribor:

- 1) mlin za drobljenje zrn, ki se lahko čisti in hitro melje, ne da bi se pri tem občutneje segrel;
- 2) sežigalno posodo z ravnim dnom iz platine, kremenca ali porcelana s premerom 50 do 55 mm in višino 15 do 20 mm;
- 3) električno grelno ploščo ali Bunsenov gorilnik;
- 4) muflovko z regulatorjem temperature in zadostnim kroženjem zraka;
- 5) eksikator s tubusom in perforirano ploščo iz porcelana ali aluminija, v katerem je učinkovito sušivo (na primer kalcijev klorid, fosforjev peroksid ali silikagel);
- 6) analitsko tehtnico z natančnostjo 0,0001 g;
- 7) termorezistenčno ploščo.

Priprava vzorca

V mlin damo nekaj gramov vzorca v zrnu, ga zmeljemo in odvržemo. Nato odtehtamo najmanj 25 g vzorca in ga zdrobimo v mlinu, dokler premer delca ni manjši od 1,7 mm, pri čemer mora biti manj kot 10 % delcev s premerom večjim od 1,0 mm in več kot 50 % delcev s premerom manjšim od 0,5 mm.

Za mlevske izdelke, katerih delci so manjši ali enaki 1,7 mm, od katerih je najmanj 10 % delcev (m/m) večjih od 1 mm in 50 % delcev (m/m) manjših od 0,5 mm ni potrebno mletje.

Čiste posode za zgorevanje žarimo v muflovki pri temperaturi $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ do konstantne mase (najpogosteje približno 15 min), hladimo v eksikatorju najmanj 1 h do sobne temperature in stehtamo z natančnostjo 0,0001 g.

Postopek

Od pripravljenega (zmletega) vzorca odtehtamo 5 do 6 g in ga razprostremo v enakomerni plasti v izžarjene in stehtane sežigalne posode, če pričakujemo, da bo delež pepela v suhi snovi manjši od 1 %, če pa pričakujemo, da bo vrednost pepela več kot 1 %, vzamemo 2 do 3 g. (Po tehtanju vzorca za določanje pepela stehtamo tudi vzorec za določanje vode).

Da bi dosegli izenačeno zgorevanje izdelka, lahko vsebino posode tik pred zgorevanjem ovlažimo z 1 do 2 ml etanola. Posodo z odtehtanim vzorcem najprej segrevamo na robu muflonke ali na električni grelni plošči ali na Bunsenovem gorilniku.

Paziti moramo, da se pri zgorevanju ne pojavi plamen, in nadaljevati zgorevanje do popolne zoglanelosti. Takoj ko vsebina v posodi zogljeni, jo pazljivo damo v muflonko, ki jo poprej segrejemo do temperature $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Zagotoviti moramo, da v peči kroži zrak tudi, ko so vrata zaprta, vendar ne tako močno, da bi iz posode odnašalo dele substance.

Za vzorec, ki vsebuje manj kot 1 % (m/m) pepela, moramo končati zgorevanje v 2 h pri temperaturi $900\text{ }^{\circ}\text{C}$. Zgorevanje je končano, ko je ohlajeni ostanek bele barve. Ko je zgorevanje končano, vzamemo posodo iz peči in jo hladimo 1 min na termorezistenčni plošči, nato pa v eksikatorju ohladimo do sobne temperature. Zaradi hidroskopsnosti pepela hitro stehtamo vzorec z natančnostjo 0,0001 g. Postopek segrevanja, hlajenja in tehtanja ponavljamo, dokler ne dobimo konstantne mase oziroma dokler razlika dveh zaporednih tehtanj med dodatnim sežiganjem (v 1 h) ni večja od 0,0002 g.

Isti vzorec uporabimo najmanj za dve določanji.

Izračunavanje

Količino pepela izrazimo v odstotkih mase glede na suho snov in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina pepela (\% m/m)} = m_1 \cdot \frac{100}{m_0} \cdot \frac{100}{100 - V}$$

kjer je:

m_0 - masa vzorca za analizo v g;

m_1 - masa ostanka v g;

V - količina vode v analiziranem vzorcu v odstotkih.

Če so izpolnjeni pogoji ponovljivosti, vzamemo za rezultat aritmetično sredino dveh določanj. Rezultat prikažemo z dvema decimalama.

Ponovljivost

Pri vzporednih določanjih na istem vzorcu odstotek v količini pepela ne sme biti večji od:

- 0,02 (absolutne vrednosti), če je količina pepela manjša od 1 % (m/m);
- 2 % srednje vrednosti, če je količina pepela večja od 1 % (m/m).

Če so navedene meje prekoračene, moramo analizo ponoviti z dvema vzporednima določanjema.

2.2.11 Določanje količine v klorovodikovi kislini netopnega pepela (peska) v mlevskih izdelkih**Princip in uporaba**

Princip temelji na tretiranju pepela z 10 %-no raztopino klorovodikove kisline s segrevanjem, pri čemer se del sestavin pepela raztopi, pesek, ki ostane neraztopljen, pa ločimo s cejenjem, žarimo in stehtamo.

Metodo uporabljamo pri določanju peska v mlevskih izdelkih.

Pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) graduirano pipeto;
- 2) menzuro 10 ml;
- 3) lij s premerom 4 cm do 5 cm;
- 4) vodno kopel;
- 5) žarilno peč;
- 6) eksikator s sušivom;
- 7) čašo 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) 10 %-no raztopino klorovodikove kisline: odmerimo 27,7 ml koncentrirane HCl (37 % = 1,19 g/ml) in dodamo 73 ml destilirane vode;
- 2) 1 %-no raztopino srebrovega nitrata: odtehtamo 1 g AgNO₃ in dodamo 99 ml vode.

Priprava vzorca

V izžarjeno sežigalno posodo odtehtamo 5 do 6 g zdrobljenega vzorca in ga razprostremo v enakomerni plasti.

Posodo z odtehtanim vzorcem najprej segrevamo na robu muflovke, ki jo poprej segrejemo na temperaturo 550 °C ± 10 °C, dokler se substanca ne vžge. Po gašenju plamena damo sežigalno posodo pazljivo v muflovko, ki jo naravnamo na temperaturo 550 °C ± 10 °C. Zgorevanje je končano, ko postane ohlajeni ostanek bele barve. Nato vzamemo posodo iz peči in hladimo 1 min na termorezistenčni plošči, nato pa damo v eksikator, da se ohladi do sobne temperature ter stehtamo z natančnostjo ± 0,0001 g.

Zgorevanje, hlajenje in tehtanje ponavljamo, dokler ne dobimo konstantne mase oziroma dokler razlika dveh zaporednih tehtanj med dodatnim sežiganjem (v 1 h) ni večja od 0,0002 g.

Postopek

V posodo s pepelom, ki smo ga dobili z zgorevanjem vzorca pri temperaturi 550 °C ± 10 °C, dodamo 10 ml 10 %-ne raztopine HCl in pol ure segrevamo na vodni kopeli. Nato dekantiramo na lij s filtrirnim papirjem. Ostanek nekajkrat izperemo z vodo v posodi zaradi kvantitativnega prenašanja in vsakokrat dekantiramo skozi isti filtrirni papir, ki ga nato izperemo z vodo, dokler z raztopino srebrovega nitrata ne ugotovimo, da filtrat nima več pozitivne reakcije na kloride. Filtrirni papir skupaj z usedlino vrnemo v žarilno posodo, posušimo v vodni kopeli in nato zgorevamo v žarilni peči. Po hlajenju v eksikatorju stehtamo ostanek.

Izračunavanje

Količino peska v moki izražamo v odstotkih mase in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina peska (v \%)} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

kjer je:

- m₁ - masa posode z netopnim ostankom v 10 %-ni HCl (pesek) v g;
- m₂ - masa prazne in žarjene posode v g;
- m - masa odtehtanega vzorca v g.

Ponovljivost

Pri vzporednem določanju na istem vzorcu razlika v količini v klorovodikovi kislini netopnega pepela ne sme biti večja od:

- 0,02 (absolutne vrednosti), če je količina peska manjša od 1 % (m/m);
- 2 % srednje vrednosti, če je količina peska večja od 1 % (m/m).

2.2.12 Določanje količine surovih beljakovin v žitu in mlevskih izdelkih (makro postopek)**Princip in uporaba**

Princip temelji na segrevanju in razklopu organske substance z žveplovo kislino ob navzočnosti katalizatorja. Izločeni dušik preide v amoniak in se veže s kislino kot amonijev sulfat.

Z dodatkom natrijevega hidroksida se ponovno sprosti dušik in destilira v posodo, v kateri je določena količina kisline znane koncentracije. S končno titracijo določimo količino preostale kisline;

Od dobljene količine dušika izračunamo s faktorjem korekcije skupno količino surovih beljakovin.

Metodo uporabljamo pri določanju surovih beljakovin v žitu in mlevskih izdelkih.

Aparati in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aparat za destilacijo po Kjeldahlu;
- 2) mlin za fino drobljenje vzorcev;
- 3) 500 ml bučko za razklop po Kjeldahlu;
- 4) analitsko tehtnico z merilnim območjem od 100 g do 160 g občutljivosti 0,0001 g;
- 5) erlenmajerico 300 ml;
- 6) grelnik za razklop s šestimi mesti (v digestoriju);
- 7) lij s premerom 3 cm;
- 8) birete 25 ml z razdelbo 0,05 ml in 0,1 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) koncentrirano žveplovo kislino H_2SO_4 brez primesi dušika (tehnična);
- 2) katalizator (1 del K_2SO_4 : 10 delov $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) p.a.

Substanci je treba dobro razpršiti in homogenizirati v terilnici;

- 3) 33 %-ni natrijev hidroksid brez primesi dušika (tehnični $\rho_{20} = 1,35$ g/ml);
- 4) raztopino žveplove kisline, $c(2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ mol/l;
- 5) raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l;
- 6) kombinirani indikator: 0,1 g metil rdečega zdrobimo v terilnici s približno 20 ml 96 %-nega etanola. Raztopino dekantiramo v 200 ml čašo. Celo operacijo ponavljamo, dokler ni raztopljen ves indikator metil rdečega in ga prenesemo v čašo. Skozi lij, ki ga damo na čašo, dodamo 0,15 g bromkrezol zelenega. Lij nato izperemo in čašo do oznake dopolnimo z etanolom. Prehod iz rdečega v zeleno je pri pH vrednosti 5,1. Indikator je primeren za delo tudi pod električno razsvetlavo, ne pa samo pri dnevni svetlobi.

Postopek

Če je vzorec v zrnih, jih najprej zdrobimo v mlinu za fino drobljenje, nato pa odtehtamo približno 1 g in ga kvantitativno prenesemo v 500 ml bučko za razklop. Nato dodamo 7 do 10 g pripravljenega katalizatorja in pazljivo vlijemo približno 20 do 25 ml koncentrirane žveplove kisline. Na bučko za razklop namestimo majhne lije (da bi preprečili morebitno razprševanje mešanice izven bučke). Maso v bučki pazljivo premešamo in postavimo na grelnik za razklop. Razklop traja, dokler se ne pojavi svetlo zelena barva, podaljšamo ga še za 15 min, nato pa bučko ohladimo. Dodamo približno 100 ml destilirane vode in ponovno hladimo.

Bučko za razklop priključimo na destilacijsko napravo. Preverimo, ali vsi ventili in spoji na aparatu dobro tesnijo. Nato dodamo približno 80 ml 33 %-ne NaOH oziroma dokler se ne pojavi temno modra ali rjava barva. Ventil zapremo in vključimo destilacijski aparat. Sproščeni amoniak gre med destilacijo v 300 ml erlenmajerico, v kateri je 25 ml 0,1 mol/l raztopine H_2SO_4 , in se veže kot amonijev sulfat. Po 25 min (ko dobimo približno 150 do 170 ml destilata) prekinemo z destilacijo. Pribitek žveplove kisline v erlenmajerici z dodatkom treh kapljic kombiniranega indikatorja titriramo z raztopino 0,1 mol/l NaOH.

Izračunavanje

Količino dušika (N) izražamo v odstotkih in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina duška (N \%)} = \frac{(a - a_1) - (b - b_1) \cdot 0,0014008 \cdot 10000}{m}$$

Količino surovih beljakovin izražamo v odstotkih na suho snov in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina surovih beljakovin (v \%)} \text{ na suho snov} = \frac{N \cdot F \cdot 100}{100 - V}$$

kjer je:

a - količina porabljenih mililitrov H_2SO_4 za analizo;

a_1 - količina porabljenih mililitrov H_2SO_4 za slepi preskus;

b - količina porabljenih mililitrov NaOH za analizo;

b_1 - količina porabljenih mililitrov NaOH za slepi preskus;

m - odtehtana količina vzorca v g;

V - količina vlage analiziranega vzorca;

F - 5,7 (faktor za izračunavanje deleža beljakovin za pšenico in pšenične mlevske izdelke; za druge vrste žit in izdelkov je faktor 6,25).

Ponovljivost

Razlika med dvema vzporednima določanjema, ki ju je istočasno ali drugega za drugim opravil isti analitik, sme biti 0,2 enote (absolutne vrednosti).

2.2.13 Določanje sedimentacijske vrednosti v pšenici za predelavo (po Zelenyju)**Princip in uporaba**

Princip temelji na drobljenju in sejanju pšenice, nato pa na suspenziji v raztopini mlečne kisline za določen čas. Suspenzija se useda in po določenem času odčitamo prostornino usedline, ki predstavlja sedimentacijsko vrednost.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) laboratorijski mlin za pridobivanje meljavine za določanje sedimentacije (domače izdelave ali Brabenderov mlin);
 - 2) bireto 15 ml za namakanje pšenice;
 - 3) pipeto 50 ml oziroma 25 ml (pipeta se mora izprazniti v manj kot 10 oziroma 15 s);
 - 4) posode za namakanje pšenice 500 ml;
 - 5) merilne valje 100 ml z zapirali iz teflona ali stekla, po možnosti iz steklenih cevi, natančno umerjene, na katerih je oddaljenost od ničelnice do črte za 100 ml - 180 do 185 mm;
 - 6) signalno uro ali sekundomer;
 - 7) stresalnik z motornim pogonom (držalo z utorji za merilne valje).
- Stresalnik z dimenzijami 58 cm x 32 cm x 5 cm ima v sredini vrtilno os, ki se na vsako stran nagiba po 30° od horizontalnega položaja, s hitrostjo približno 40 vrtljajev v min. Držalo je vdeleno tako, da drži 8 valjev, ki se lahko hitro in zanesljivo vstavijo v svoja ležišča, dokler se stresalnik giblje;
- 8) tehnično avtomatsko tehtnico z merilnim območjem 500 ali 1000 g in občutljivostjo 0,1 g.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 99 do 100 %-ni izopropilni alkohol, iz katerega je treba odstraniti mineralne snovi;
- 2) destilirano ali demineralizirano vodo.

Voda, ki se uporablja za pripravo reagentov in hidratacijo, ne sme vsebovati več kot 2 mg/kg mineralnih snovi;

- 3) raztopino bromfenol modrila, 4 mg bromfenol modrila raztopimo v 1000 ml destilirane vode;
- 4) osnovno raztopino mlečne kisline: odmerimo 250 ml 86 %-ne mlečne kisline in dopolnimo z destilirano vodo do 1 litra. Razredčeno kislino kuhamo 6 h s povratnim hlajenjem. Iz mlečne kisline morajo biti odstranjene mineralne snovi (ne sme jih biti več kot 40 mg/kg). Hraniti jo moramo pri sobni temperaturi;

Opomba: Koncentrirana mlečna kislina vsebuje asocirane molekule, ki pri razredčitvi disociirajo. Da bi dobili enake rezultate, moramo vzpostaviti ravnovesje osnovne raztopine mlečne kisline, preden je uporabimo za test. To najboljše dosežemo s kuhanjem ob povratnem hlajenju ter s hrambo pri sobni temperaturi.

- 5) reagent za sedimentacijski test: odmerimo 180 ml osnovne raztopine mlečne kisline, jo pomešamo z 200 ml izopropilnega alkohola in dopolnimo s prekuhano destilirano vodo do 1 litra. Ta mešanica mora stati 48 h in jo moramo zavarovati pred izhlapevanjem.

Priprava vzorca

Vzorec pšenice očistimo, tako da odstranimo vse primesi. Odtehtamo 100 g očiščene pšenice, ki jo namakamo v vodi, dokler delež vlage ne doseže 14 % ter pustimo najmanj 6 h v zaprti posodi. Če je delež vlage pšenice več kot 14 %, sušimo vzorec v laboratoriju pri sobni temperaturi, dokler ne dosežemo željenega odstotka vlage.

Pšenico nato zmeljemo v mlinu in dobimo moko z deležem pepela do 0,6 % in velikostjo delcev 150 µm. Dobljeno moko imamo shranjeno do analize v nepredušno zaprti posodi največ 24 h.

Med dvema mletjema moramo mlin dobro očistiti.

Postopek

Odtehtamo 3,2 g moke in jo damo v 100 ml merilni valj, dodamo 50 ml raztopine bromfenol modrila za hidratacijo in valj zapremo. Hkrati postavimo tudi merilnik časa. Moko in reagent dobro premešamo tako, da zamašeni valj stresamo v vodoravnem položaju 5 s, in sicer z leve na desno v razponu 18 cm 12-krat v vsaki smeri. S tem postopkom moramo moko povsem suspendirati. Valj namestimo na stresalnik in stresamo 5 min. Snamemo ga s stresalnika, dopolnimo s 25 ml reagenta za sedimentacijski test, nato znova namestimo na stresalnik in stresamo še 5 min. Valj vzamemo iz stresalnika in ga pustimo stati navpično natančno 5 min. Nato odčitamo prostornino sedimenta v ml z natančnostjo 0,1 ml. Ta prostornina je sedimentacijska vrednost.

Prikazovanje rezultatov

Odčitamo prostornino sedimenta prikažemo s številko.

Ponovljivost

Razlika med dvema vzporednima določanjema, ki ju je hkrati ali drugo za drugim opravil isti analitik, sme biti do 2 enoti.

2.2.14 Določanje količine surove celuloze v žitu in mlevskih izdelkih po Weendeju (Weendejeva metoda)**Princip in uporaba**

Princip temelji na kuhanju vzorca z žveplovo kislino in kalijevim hidroksidom določene koncentracije, filtriranju, sušenju in žarjenju ostanka.

Metodo uporabljamo pri določanju surove celuloze v žitu in mlevskih izdelkih.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 5 %-no žveplovo kislino, titrimetrijsko kontrolirano;
- 2) 5 %-ni kalijev hidroksid, titrimetrijsko kontroliran;
- 3) 96 %-ni etanol;
- 4) eter;
- 5) 25 %-ni natrijev hidroksid.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) čaši 200 ml in 500 ml;
- 2) filtrirni papir S in S 520 ali S in S 589¹;
- 3) Büchnerjev lij s premerom 7 do 10 cm;
- 4) žarilni lonček.

Priprava vzorca

Vzorec za analizo zmeljemo tako, da gredo delci skozi 1 mm² luknjice sita, vzorce, ki vsebujejo več kot 5 % maščob pa na hladno razmastimo s petroletrom:

Postopek

Iz pripravljenega vzorca odtehtamo 3 g z natančnostjo 0,001 g, damo v 500 ml čašo, na kateri je oznaka za 200 ml, vlijemo 50 ml s 5 %-no žveplovo kislino in 150 ml vode ter kuhamo 30 min s pogostim mešanjem in dodajanjem vode, ki mora izhlapeti. Pri dodajanju vode ne sme prenehati vrenje niti se smejo na stenah zadrževati delci vzorca. Po 30 min kuhanja

dopolnimo čašo z destilirano vodo do oznake 500 ml in pustimo najmanj 6 h. Nato z vakuumom odstranimo pribitek tekočine, ostanek pa nevtraliziramo s 25 %-nim natrijevim hidroksidom. Vzorec nato filtriramo skozi lij s platnom in dobro izperemo s toplo vodo do nevtralne reakcije. Ostanek s platna izperemo s 150 ml vode v 200 ml čašo in dodamo 50 ml 5 %-nega kalijevega hidroksida in kuhanje ponovimo 30 min. Da bi nivo tekočine ostal na 200 ml, še dodamo vode. Vroče filtriramo skozi Büchnerjev lij, dobro izperemo s toplo vodo, nato trikrat s 96 %-nim etanolom in na koncu z etrom. Ostanek sušimo pri temperaturi 110 °C do konstantne mase. Stehemo. Dobljeni rezultat je surova celuloza v odtehtanem vzorcu. Ostanek nato sežgemo in 30 min žarimo pri temperaturi 900 °C. Razlika v masi med sušenim in žarjenim vzorcem je količina surove celuloze brez pepela.

Izračunavanje

Količino surove celuloze brez pepela izražamo v odstotkih in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{surova celuloza v odstotkih brez pepela} = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

kjer je:

m - masa vzorca v g;

m₁ - izguba z žarjenjem (razlika med sušenim in žarjenim ostankom) v g.

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, opravljenih vzporedno ali takoj drugo za drugim, ne sme biti večja od 0,05 % količine surove celuloze.

2.2.15 Določanje količine maščob po Weibullu in Stoldt v žitu in mlevskih izdelkih

Princip in uporaba

Princip temelji na tretiranju izdelkov s klorovodikovo kislino in ekstrakciji maščob z organskim topilom v Soxhletovem aparatu.

Metoda se uporablja za določanje maščob v žitu in mlevskih izdelkih.

Aparati in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) laboratorijski čaši, 400 ml in 600 ml;
- 2) graduirano menzuro, 100 ml;
- 3) lij s premerom 10 cm;
- 4) aparat po Soxhletu z bučko 250 ml;
- 5) filtrirni papir s premerom 20 cm do 25 cm.

Reagenti in sredstva

Uporabljamo naslednja reagenti:

- 1) koncentrirano klorovodikovo kislino ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml);
- 2) petroleter (vrelišče 40 do 70 °C);
- 3) plovec.

Postopek

V 400 ml čašo odtehtamo približno 20 g vzorca z natančnostjo 0,01 g in premešamo s 100 ml hladne vode, 60 ml koncentrirane klorovodikove kisline in nekoliko koščkov plovca in 15 min segrevamo na vreli vodni kopeli. Nato čez mrežico segrevamo na plamenu (pri tem mešamo s palčko), dokler ne zavre, pokrijemo z urnim steklom in kuhamo približno 20 min, dokler se beljakovine popolnoma ne raztopijo. Dodamo še nekoliko vrele vode, s katero izperemo urno steklo in takoj filtriramo skozi vlažen nabran filtrirni papir. Čašo in filtrirni papir dobro izperemo z vodo. Filtrirni papir z ostankom prenesemo na urno steklo, ki je prekrito s čistim filtrirnim papirjem in posušimo v sušilniku, nato pa 1 h ekstrahiramo s petroletrom v Soxhletovem aparatu - če analiziramo mlevske izdelke. Ekstrakcija žit, pekovskih izdelkov in testenin traja 3 h.

Po končani ekstrakciji se petroleter upari, bučko z ostankom pa sušimo 1h pri temperaturi 100 °C, hladimo v eksikatorju in stehtamo. Po enakem postopku nadaljujemo sušenje, dokler ne dobimo konstantne mase.

Izračunavanje

Količino maščob izražamo v odstotkih in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina maščob (v \%)} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_0}$$

kjer je:

m – odtehtana količina vzorca v g;

m₁ – masa bučke z ekstraktom v g;

m₂ – masa prazne bučke v g.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, opravljenih takoj drugo za drugim, ne sme biti večja od 0,3 % v absolutni vrednosti količine maščob.

2.2.16 Določanje kislinske stopnje v žitu in mlevskih izdelkih**Princip in uporaba**

Princip temelji na titraciji v 67 %-nem etanolu topnih spojin (ki dajo kislo reakcijo) z natrijevim hidroksidom ob fenolftaleinu kot indikatorju.

Uporabljamo ga pri določanju kislinske stopnje v žitu in mlevskih izdelkih.

Pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) laboratorijsko čašo, 100 ml;
- 2) pipeti, 50 ml in 25 ml;
- 3) stekleni lij s premerom 10 cm;
- 4) urno steklo;
- 5) erlenmajerico, 100 ml;
- 6) filtrirni papir;
- 7) bireto, 25 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (Raztopimo 4 g NaOH v merilni posodi 1 l in dopolnimo z vodo do oznake.);
- 2) 3 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu (Raztopimo 3 g fenolftaleina v malo 96 %-nega etanola in dopolnimo s 96 % etanolom do 100 g. Raztopino precedimo.);
- 3) 67 vol. %-nega etanola, nevtraliziranega na fenolftalein ($\rho_{20} = 0,893 \text{ g/ml}$) (Odmerimo 69,8 ml 96 vol. %-nega etanola in dodamo 30,2 ml vode.).

Postopek

Odtehtamo 10 g moke (ali drobljenca s takimi delci, ki gredo skozi sito z 1 mm luknjicami), premešamo v 100 ml čaši s 50 ml 67 %-nega etanola pri sobni temperaturi in pokrijemo z urnim steklom. Vsebino čaše intenzivno stresamo 5 min. Nato filtriramo skozi naguban filtrirni papir. Med filtriranjem pokrijemo čašo z urnim steklom, da preprečimo izhlapevanje etanola. Nato odmerimo 25 ml filtrata, prenesemo v 100 ml erlenmajerico, dodamo tri kapljice 3 %-ne raztopine fenolftaleina in titriramo z raztopino 0,1 mol (NaOH)/l, dokler ne dobimo izrazito rdečkaste barve.

Izračunavanje

Kislost izražamo kot kislinsko stopnjo, ki označuje število mililitrov 1 mol (NaOH)/l, potrebnih za nevtralizacijo prostih maščobnih kislin v 100 g moke oziroma drobljenca, in jo izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{kislinska stopnja} = \frac{a \cdot c \cdot 100}{p}$$

kjer je:

- a - število porabljenih mililitrov 0,1 mol (NaOH)/l za nevtralizacijo;
- c - koncentracija uporabljene raztopine NaOH, izražena v molarnosti na liter;
- p - količina vzorca v g v 25 ml filtrata.

Ponovljivost

Dovoljeno odmikanje med dvema določanjem, ki ju je vzporedno ali drugo za drugim opravil isti analitik, sme biti do 0,2 enoti, če je kislinska stopnja do 3, če je kislinska stopnja večja od 3 pa do 0,3 enote.

2.2.17 Določanje kislinske stopnje v pšeničnih kalčkih**Princip in uporaba**

Princip temelji na ekstrakciji maščob iz izdelkov in na titraciji dobljene raztopine z natrijevim hidroksidom ob fenolftaleinu kot indikatorju. Uporablja se za določanje količine prostih maščobnih kislin v izdelkih, bogatih z maščobami, kot so pšenični kalčki.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) erlenmajerico, 100 ml;
- 2) bučko za jedno število, 250 ml;
- 3) stekleni lij s premerom 10 cm;
- 4) urno steklo;
- 5) filtrirni papir;
- 6) analitsko tehtnico;
- 7) vibracijski stresalnik.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 96 %-ni etanol;
- 2) 1 %-no alkoholno raztopino fenolftaleina (Raztopimo 1 g fenolftaleina v malo 96 %-nega etanola in dopolnimo s 96 %-nim etanolom do 100 g.);
- 3) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (Raztopimo 4 g NaOH v merilno posodo do 1 l in dopolnimo z vodo do oznake.);
- 4) kloroform;
- 5) brez-vodni Na_2SO_4 .

Postopek

Odtehtamo približno 5 g zdrobljenega (zmletega) vzorca z natančnostjo 0,050 g in prenesemo v bučko za jedno število.

Odtehtano količino vzorca prelijemo s 50 ml kloroforma in pustimo na temnem 3 h ter občasno stresamo ročno ali 30 min na vibracijskem stresalniku. Vzorcju dodamo manjšo žlico brez-vodnega Na_2SO_4 in pustimo 30 min, nato pa prefiltriramo. Od filtrata odmerimo 10 ml in prenesemo v 100 ml erlenmajerico. Nato dodamo 30 ml nevtraliziranega etanola (nevtraliziramo z 0,1 mol (NaOH)/l z dodajanjem fenolftaleina) in segrevamo do vrenja na grelniku z mrežico. Mešanico hitro ohladimo, dodamo nekaj kapljic fenolftaleina in čim prej titriramo z 0,1 mol (NaOH)/l, dokler se ne pojavi rdeča barva.

Da bi določili količino maščob v filtratu, ravnamo takole: v poprej stehtano bučko odmerimo 10 ml filtrata osnovne kloroformne raztopine, uparimo in posušimo pri 105 °C do konstantne mase.

Izračunavanje

Kislost izražamo kot kislinsko stopnjo, ki označuje število porabljenih mililitrov 1 mol/l natrijevega hidroksida za nevtralizacijo prostih maščobnih kislin v 100 g maščob pšeničnih kalčkov in jo izračunamo po formuli:

$$\text{kislinska stopnja} = \frac{a}{p} \cdot f \cdot 10$$

kjer je:

- a – porabljeno število ml 0,1 mol (NaOH)/l za titracijo 10 ml filtrata;
- f – faktor raztopine NaOH;
- p – količina maščob v g v 10 ml filtrata.

2.2.18 Določanje nečistoč – deli insektov, jajčec, iztrebkov in dlak v mlevskih izdelkih ("filth" test)**Princip in uporaba**

Princip temelji na hidrolizi sestavin mlevskih izdelkov, bodisi kemični ali encimski s pankreatinom. Vzorec moramo tretirati tako, da se deli filtra ohranijo in čim manj spremenijo, da bi jih lahko prepoznali z mikroskopskim pregledom. Metodo uporabljamo za določanje nečistoč pri mlevskih izdelkih.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) čaši, 200 ml in 400 ml;
- 2) urno steklo;
- 3) lij ločnik, 1000 ml;
- 4) Büchnerjev lij s premerom 8 cm;
- 5) dve stekleni plošči 9 x 12 cm;
- 6) merilni valj, 20 ml;

- 7) filtrirni papir;
- 8) mikroskop.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino klorovodikove kisline c (HCl) = 0,05 mol/l;
- 2) parafinsko olje;
- 3) petroleter;
- 4) 96 %-ni etanol.

Postopek

Odtehtamo 50 g moke, jo damo v 400 ml čašo ter prelijemo z 200 ml vrele raztopine klorovodikove kisline in premešamo s stekleno palčko, da dobimo homogeno mešanico brez keplic. Kuhamo 30 min pri zmernem plamenu, pokrito z urnim steklom. Ko se raztopina ohladi, jo prelijemo v 1000 ml lij ločnik. Čašo dobro izperemo z vodo, ki jo dodamo prvotni raztopini in dolijemo vode do približno 600 ml. Dodamo 20 ml parafinskega olja in nekajkrat dobro premešamo. S parafinskim oljem ovlažimo dele filtra, zaradi česar se nečistoča dviguje in zbira v plasti med vodo in parafinskim oljem. Po 30 min izpustimo vodno raztopino v drug ravno tako velik lij ločnik in znova premešamo z 20 ml parafinskega olja, pustimo 30 min, da se plasti ločijo, nato pa vodni del izpustimo, dokler ne ostane v višini nekaj milimetrov. Parafinsko olje v obeh lijih izperemo z vodo, ki jo potem izpustimo. Izpiranje z vodo ponovimo še enkrat, toda z dodatkom 50 ml petroletra. Po ločitvi vodni sloj znova izpustimo do višine nekaj milimetrov. Petroletrsko raztopino filtriramo skazi Büchnerjev lij s premerom 80 mm, na katerega damo filtrirni papir s premerom 90 mm (modri trak ali ekvivalentni filtrirni papir). Filtrirni papir namestimo na Büchnerjev lij tako, da rob filtrirnega papirja dobro nalega ob njegovo steno in da tekočina ne more iztekati med steklom in papirjem. Najprej filtriramo tekočino iz drugega lija ločnika, nato pa iz prvega. Lija izperemo dvakrat z vodo, enkrat pa z 96 % etanolom. Netopne ostanke iz lija moramo v celoti prenesti na filtrirni papir, ki ga izvlečemo in med dvema urnima stekloma sušimo 1 h pri temperaturi 105 °C. Nato ga enakomerno ovlažimo z nekaj kapljicami parafinskega olja, s čimer dosežemo boljšo prozornost. Ovlaženi filtrirni papir namestimo med dve stekleni plošči 9 x 12 cm. Stekleni plošči zlepimo z voskom ali lepilnim papirjem, da bi preprečili premikanje. Pod mikroskopom opazujemo pri 60 do 70 -kratnem povečanju.

Posebej prikažemo število delov insektov, posebej pa število dlak glodalcev. Kadar glodalci ližejo krzno, pridejo dlake v črevesje in se izločijo z iztrebki (v 20 mg iztrebkov je približno 100 dlak). Iztrebkov glodalcev ni mogoče v celoti odstraniti z običajnimi mlinскими metodami čiščenja žita, ker so pogosto enake velikosti kot zrna in se zmeljejo v moko. Dlake iz iztrebkov niso daljše od 0,8 mm. Če najdemo daljše dlake, so le-te iz krzna glodalcev, ki so zašli v moko po mletju. V moki so redko celi deli organov insektov, ker so zmleti, so pa deli trdega oklepa, glave, tipalk, nog, kril itd. Brezbarvne pršice in jajčeca insektov se, kadar so celi, lahko razlikujejo. V delih jih je težko identificirati. Ličinke so tudi brezbarvne, vendar se lahko poznajo po barvnih zadnjih delih telesa. Dele insektov v moki je zlasti težko razlikovati od delov žitnih lusk, ki so enake barve.

Da bi lahko dele insektov razlikovali od delov žit, so potrebni tile podatki:

- 1) deli insektov so rumenkaste, olivno zelene in temno rjave ali rdeče-rjave barve, rožnato prosojnega videza, celulozni deli žit pa so neprozorni;
- 2) rob delov insektov je vedno gladek, pogosto s finimi dlakami, rob celuloznih delov žit pa je vlaknast;
- 3) pri insektih ni značilno zadebljenih sten celic;
- 4) dele insektov je mogoče pogosto prepoznati po krožnih dihalnih odprtinah - trahejah;
- 5) za insekte so značilni segmentirani delčki, kot na primer delčki zlomljenih tipalk in nog.

2.2.19 Določanje okuženosti žitne mase z insekti

Izračunavanje

Pri rutinski analizi dobimo najpogosteje samo število delov nečistoč in število dlak glodalcev v 100 g moke.

Odtehtamo 0,5 do 1 kg vzorca in ga pustimo 5 min v topli vodi, da se zrna zmehčajo, ker se takrat bolje obarvajo. Zrna nato posušimo na navadnem papirju, da bi jih dali v raztopino fuksina, ki ga pripravimo tako, da damo 50 cm³ ledene očetne kisline v 950 cm³ navadne vode in dodamo 0,5 g kislega fuksina. Zrna smejo biti v tej raztopini najdlje 5 min, ker bi se obarvala vsa njihova površina, mest, kjer je žižek izlegel jajčeca, pa ne bi mogli razlikovati. Ko vzamemo pšenična zrna iz raztopine, jih operemo v navadni vodi in lahko na njih takoj najdemo temno rdeče obarvana mesta, kjer so jajčeca. Mehanično poškodovana mesta so svetleje obarvana. Po številu zrn s temnim mestom lahko ugotovimo približno intenzivnost poškodbe napadenih zrn, ki jo izrazimo v odstotkih. Barvo lahko uporabimo večkrat, dokler se ne skali.

2.2.20 Določanje navzočnosti pršice v žitu

1 kg vzorca žita presejemo skozi žično sito z luknjicami 1 x 2,5 mm, skozi katere padajo primesi neorganskega izvora.

Presejemo nad temnim papirjem, na katerem lahko s prostim očesom, ali še bolje z lupo, opazimo drobne belkaste pršice. Če je posebej mrzlo, moramo vzorce vnesti v tople prostore in jih tam pustiti nekaj časa, ter šele potem presejati. Okuženost izražamo s številom pršic na 100 g žita.

2.2.21 Določanje poškodb žita, ki so jih povzročile poljske stenice

Poškodbe žit, ki so jih povzročile poljske stenice, določimo s posamičnim pregledom vsakega zrna v 10 g vzorca in izražamo kot odstotek okuženosti. Vzamemo trikrat po 10 g žita.

Pregled opravimo s 50 W električno žarnico, najboljše pa so mlečne žarnice, pritrjene na leseno podlago. Čez žarnico damo kovinski valj s premerom, večjim od premera petrijevke, in pokrijemo z belim papirjem. Na valj postavimo petrijevko z 10 g žita, nato pa z lupo opazujemo osvetljena zrna. Zdrava zrna, osvetljena od zgoraj so prozorna, le kalček je temen. Na zrnih, ki jih je napadla poljska stenica, so poleg temnega madeža na kalčku tudi mesta, na katerih je beljakovina endosperma poškodovana s proteolitičnimi encimi, ki jih stenica izloča s slino pri piku. Okuženost izražamo v odstotkih mase vzorca.

2.2.22 Dokazovanje zastopanosti moke drugih žit v pšenični moki - mikroskopska analiza

Princip

Princip temelji na mikroskopski analizi, s katero dokažemo zastopanost drugih vrst moke (ržene, ječmenove, riževe, ajdove, ovsene, prosene, krompirjeve in fižolove) v pšenični moki.

Postopek

Odtehtamo 20 g pšenične moke, ki jo z 10 ml destilirane vode zamesimo v porcelanski posodi s porcelanskim pestilom, dokler ne dobimo homogene mase. Iz testa oblikujemo kroglico, iz katere dobimo z izpiranjem določeno količino lepka. Vodo z izpranim škrobom vlijemo v stožčasto čašo in pustimo mirovati približno 12 h. Med mirovanjem se v čaši jasno izločijo tri plasti:

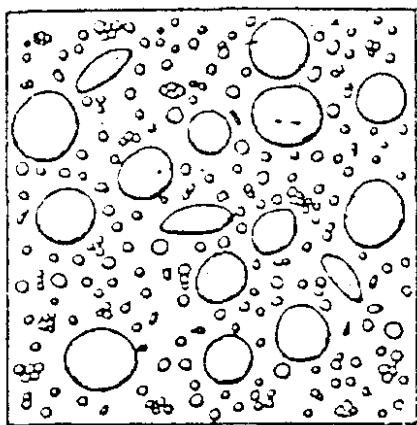
- prva plast je površinska, bele ali pretežno sive barve, zelo tekoča, vsebuje najmanjša škrobna zrnca in malo povsem lahkih celuloznih delcev;
- druga plast je svetlo sive barve, sestavljena iz številnih ostankov celuloze srednje velikosti;
- zadnja plast je zelo bela, zelo trdna in vsebuje samo velika škrobna zrnca.

Zaradi mikroskopske analize najprej odstranimo vodo, nato pa v posebne čaše postopno dekantiramo (ločimo s pazljivim odlivanjem) vse tri plasti, ki jih nato mikroskopsko analiziramo in sicer vsako plast večkrat.

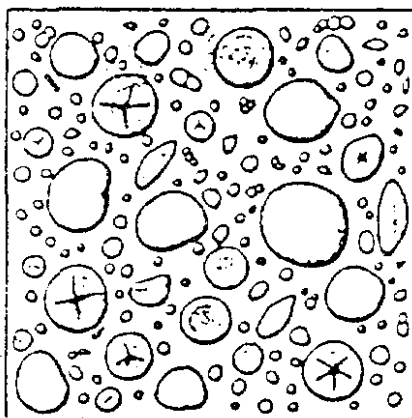
Po obliki in velikosti škrobnih zrn ugotovimo, ali je pšenični moki dodana kakšna druga vrsta moke in katera.

Na sliki 9 so prikazana škrobna zrnca pod mikroskopom, in sicer:

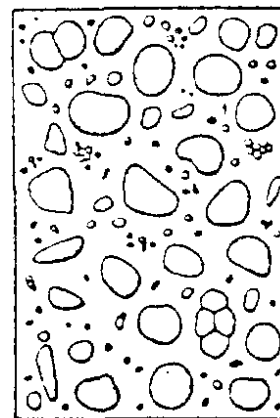
- 1) pšenice;
- 2) rži;
- 3) ječmena;
- 4) prosa;
- 5) riža;
- 6) ajde;
- 7) ovsa;
- 8) fižola;
- 9) krompirja.



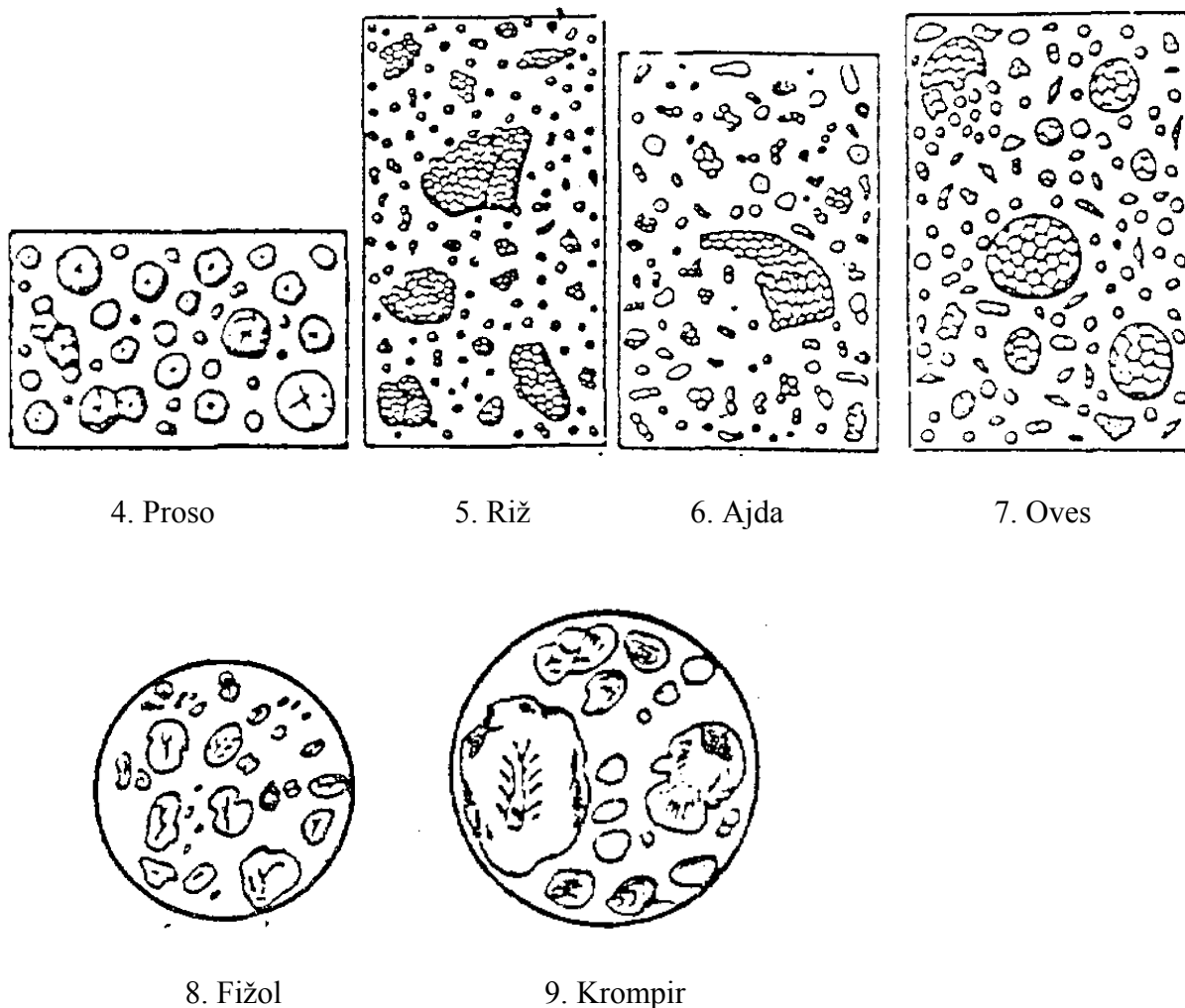
1. Pšenica



2. Rž



3. Ječmen



Slika 9. Škrobna zrnca žit in krompirja

2.2.23 Dokazovanje in določanje koruzne moke v pšenični moki

a) Dokazovanje

Koruzno moko v pšenični moki dokazujemo z navzočnostjo zeina, tipične beljakovine koruze, ki daje biuretno reakcijo (vijoličasto obarvanje z bakrovim sulfatom v alkalnem okolju) in ki se topi v vročem amilalkoholu različno kot druge v etanolu topne beljakovine, od katerih jo tako lahko ločimo.

1. Odtehtamo 20 g moke in ji dodamo 50 ml 96 %-nega etanola, nato pa segrevamo na vodni kopeli pri temperaturi 75 °C in večkrat premešamo; 10 ml filtrata zmešamo z 2 ml 1 mol (NaOH)/l in 10 kapljicami 2 %-ne raztopine bakrovega sulfata. Če mešanica vsebuje vsaj 5 % koruzne moke, postane vijoličaste barve.

2. Odtehtamo 10 g moke in jo 15 min kuhamo s 25 ml izoamilalkohola, nato pa raztopino še vročo hitro titiramo. Če je v filtratu le 1 % koruzne moke, postane pri hlajenju moten zaradi usedlega zeina.

b) Določanje

Princip

Določanje koruzne moke v pšenični moki temelji na fotometriški analizi zeina z biuretno reakcijo.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) fotokolorimeter;
- 2) bučki, 50 ml in 100 ml;
- 3) lij s premerom 8 cm do 10 cm;
- 4) merilno bučko, 50 ml;
- 5) filtrirni papir;
- 6) pipeto, 10 ml;
- 7) graduirani pipeti, 1 ml in 5 ml;
- 8) urno steklo.

Reagenti in sredstva

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 96 %-ni etanol;
- 2) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = \text{mol/l}$;
- 3) 5 %-no raztopino bakrovega sulfata;
- 4) aktivno oglje.

Postopek

Odtehtamo 15 g moke in jo 1 h ekstrahiramo v 100 ml bučki, pokriti z urnim steklom, in sicer s 75 ml etanola v vodni kopeli pri temperaturi 75 °C ter večkrat premešamo. Nato jo pustimo še 1 h. Potem vsebino še enkrat premešamo ter naenkrat, po možnosti vso, zlijemo na filtrirni papir. Prvih nekaj kapljic filtrata vrnemo na filter. Na 10 ml filtrata, ki mora biti popolnoma bister, dodamo (v 50 ml bučko 4 ml 1 mol (NaOH)/l raztopine in 4,8 ml raztopine bakrovega sulfata, premešamo in ponovno 15 min segrevamo na vodni kopeli pri temperaturi 75 °C. Tedaj dodamo 0,5 g aktivnega oglja v prahu, premešamo, filtriramo skozi naguban filtrirni papir v merilno bučko in z vodo dopolnimo do oznake. Filtrata morata biti bistra, in sicer: pri čisti koruzni moki temno vijoličaste, pri pšenični moki pa svetlo rumeno zelene barve. Intenzivnost modro vijoličaste barve filtrata je sorazmerna s količino zeina in jo določimo fotokolorimetrično. Iz umeritvene krivulje odčitamo količino koruzne moke. Umeritveno krivuljo narišemo na običajen način z 0'20, 0'30, 0'40 itd. do 100 % koruzne moke v mešanici s pšenično moko. Za te mešanice koruzne moke in pšenične moke uporabljamo opisani postopek.

Ker količina zeina v koruzi variira, so rezultati približni, razen če razpolagamo z enako koruzno moko, ki je bila zamešana z vzorcem, tako da jo uporabljamo za vzporedna določanja. To metodo lahko uporabimo za rumeno koruzo in za belo koruzo. V moki lahko dokažemo 0,5 %, v kruhu pa samo 5 % dodane koruzne moke.

Z 1-urnim stanjem zmesi po segrevanju in filtriranjem skozi filtrirni papir odstranimo nekatere raztopljene beljakovine pšenice, ki dajo slabo biuretno reakcijo. Z aktivnim ogljem odstranimo kriptoksantin, ki to reakcijo ovira.

2.2.24 Dokazovanje sojine moke v pšenični moki

Soja vsebuje specifični ferment ureazo, ki je ni v žitih. Ureazo dokazujemo z razgraditvijo uree na amoniak.

V epruveto odtehtamo 1 g pšenične moke, dodamo 5 ml 2 %-ne raztopine uree, homogeniziramo v enakomerno suspenzijo, dodamo nekaj kapljic nevtralne 1 %-ne etanolne raztopine fenolftaleina in postavimo v termostat na temperaturo od 37 °C do 40 °C. Če po eni uri postane rdeče barve zaradi nastalega amoniaka, je dokazana navzočnost sojine moke.

2.2.25 Določanje fizikalnih lastnosti pšenične moke z Brabenderovim farinografom

Princip in uporaba

Princip temelji na določanju fizikalnih lastnosti pšenične moke z vpijanem vode in obnašanjem testa med mešanjem.

Z aparatom - farinografom merimo in registriramo oblikovanje testa, ki ga zamesimo iz moke in vode, njegov razvoj, odpornost in zmeščanje. Odpornost testa naravnamo na določeno vrednost tako, da spremenimo dodano količino vode. S to količino absorbirane vode dobimo krivuljo mešanja, iz katere različnih značilnosti je razvidna kakovost moke.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) Brabenderov farinograf in termostat z obtočno črpalko;
- 2) tehtnico z utežmi z občutljivostjo $\pm 0,1$ g;
- 3) plastično lopatico;
- 4) kolenasti termometer za preverjanje temperature ohišja mesilnice;
- 5) termometer z razdelbo do 50 °C;
- 6) planimeter;
- 7) tabelo za korekcijo sposobnosti vpijanja vode po Tiborju;
- 8) tabelo po Hankoszyju.

Kontrola aparata

Farinograf brez mesilnice pri vključenem motorju postavimo na ničlo. Mesilnico priključimo in preverimo lego ničle: motor je vključen, lopatica v mesilnici se premika. Kazalec mora kazati manj kot 20 F E. Če je trenje mesilnice več kot 20 F E, jo pustimo, da nekaj minut deluje napolnjena z vodo, ki mora prekrivati osi. Nato farinograf postavimo na ničlo.

Kontrola zaviranja

Zaviranje mora trajati natanko 1 s, kar kontroliramo tako, da z roko dvignemo zgornji vzvod tehtnice in izmerimo čas, ki je potreben, da se kazalec vrne s 1 000 na 100 F E, ko je motor vključen.

Čas iztekanja od 135 do 225 ml mora biti 10 do 12 s. Hitrost premikanja diagramskega papirja mora biti 1,0 cm/min.

Postopek

Termostat in obtočno črpalko vključimo najmanj 1 h pred začetkom delovanja aparata. Temperaturo vode, ki kroži, kontroliramo in mora znašati $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Temperaturo mesilnice kontroliramo v za to predvideni odprtini. V mesilnico stremo $300\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ moke. Mesilnico pokrijemo, bireto, katere vrh postavimo pod pipo, pa napolnimo z vodo s temperaturo $30\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pisalo napolnimo s črnilom, vključimo aparat in s praznim tekom mesilnice naravnamo, da pisalo piše ničlo 1 min. V mesilnico nato dodamo celotno količino moke in jo prav tako segrevamo 1 min. Iz birete dodajamo vodo v enakomernem curku v sprednji desni kot mesilnice. Vodo dodajamo največ 25 s, dodamo pa je 55 do 60 %, kar je odvisno od moke. Ko se oblikuje testo, očistimo notranje stene mesilnice s plastično lopatico in mesilnico ponovno pokrijemo. Če je odstopke sredine krivulje v temenu večji od $\pm 10\text{ F E}$ od konsistence testa 500 F E, analizo prekinemo, dodano količino vode pa korigiramo po priloženi Tiborjevi tabeli (tabela 7) na podlagi odstopka od konsistence testa 500 F E. Ko dosežemo konsistenco 490 do 510 F E v temenu krivulje, traja mesenje skupaj 15 min od trenutka, ko smo v mesilnico dodali vodo.

Prikazovanje rezultatovSposobnost vpijanja vode

Sposobnost vpijanja vode je v odstotkih izražena količina vode, ki je potrebna za dosego konsistence testa 500 F E.

$$\text{Sposobnost vpijanja vode v odstotkih} = \frac{V}{3}$$

kjer je:

V - število mililitrov vode za konsistenco 500 F E.

Razvoj testa

Razvoj testa v minutah je čas od začetka mešanja do temena krivulje.

Stabilnost testa

Stabilnost testa v minutah je čas od temena krivulje do njenega padca za 10 F E.

Stopnja zmeščanja testa

Stopnja zmeščanja testa je razdalja med končno točko srednje črte diagrama in konsistenco 500 F E. Izraža se v F E.

Kakovostna skupina

Na dobljenem farinogramu planimetriramo ploščino trikotnika, ki ga zapirajo: črta srednjica, ki se vpiše v krivuljo od njenega temena do konca farinograma v 15 min, črta konsistence, dosežena v razponu od 490 do 510 FE, in pravokotnica, ki povezuje črto srednjico s črto konsistence. Za določeno ploščino trikotnika, izraženo v cm^2 , odčitamo v tabeli po Hankoczyju kakovostno številko moke (tabela 8).

Klasifikacija moke po Hankoczyju

Kakovostno številko in skupino moke določimo po tabeli 8.

Tabela 7. Tiborjeva tabela za določanje sposobnosti vpijanja vode brez titriranja po računski poti

Odstopek od standardne konsistence (v FE)	Količina vode, ki jo je treba dodati – odvzeti (v cm ³)	Odstopek od standardne konsistence (v FE)	Količina vode, ki jo je treba dodati – odvzeti (v cm ³)	Odstopek od standardne konsistence (v FE)	Količina vode, ki jo je treba dodati – odvzeti (v cm ³)
30	2,6	155	13,2	280	24,0
35	3,0	160	14,7	285	24,4
40	3,4	165	14,1	290	24,9
45	3,9	170	14,6	295	25,3
50	4,3	175	15,0	300	25,7
55	4,7	180	15,4	305	26,1
60	5,1	185	15,9	310	26,7
65	5,6	190	16,3	315	27,0
70	6,0	195	16,7	320	27,4
75	6,4	200	17,1	325	27,9
80	6,9	205	17,6	330	28,3
85	7,3	210	18,0	335	28,7
90	7,7	215	18,4	340	29,1
95	8,1	220	18,9	345	29,6
100	8,6	225	19,3	350	30,0
105	9,0	230	19,7	355	30,4
110	9,4	235	20,1	360	30,9
115	9,9	240	20,6	365	31,3
120	10,3	245	21,0	370	31,7
125	10,7	250	21,4	375	32,1
130	11,1	255	21,8	380	32,6
135	11,6	260	22,3	385	33,0
140	12,0	265	22,7	390	33,4
145	12,4	270	23,2	395	33,9
150	12,9	275	23,6	400	34,3

Dodatek

10	0,5
15	1,0
20	1,6
25	2,1
30	2,6

Tabela 8. Kakovostna številka moke po Hankoczyju glede na ploščino trikotnika

Ploščina trikotnika (v cm ²)	Kakovostna številka	Ploščina trikotnika (v cm ²)	Kakovostna številka	Ploščina trikotnika (v cm ²)	Kakovostna številka
A ₁	100,0 96,4 94,5 93,2 92,1 91,2 90,3 89,5 88,8 88,0 87,5 86,9 86,4 85,9 85,3	4,1	74,3	8,4	62,9
		4,2	74,0	8,5	62,6
		4,3	73,6	8,6	62,4
		4,4	73,3	8,7	62,2
		4,5	73,1	8,8	62,0
		4,6	72,8	8,9	61,7
		4,7	72,5	9,0	61,5
		4,8	72,2	9,1	61,3
		4,9	71,9	9,2	61,0
		5,0	71,6	9,3	60,8
		5,1	71,3	9,4	60,6
		5,2	71,0	9,5	60,4
		5,3	70,7	9,6	60,2
		5,4	70,5	9,7	60,0
		5,5	70,2	9,8	59,8
A ₂	84,7 84,2 83,7 83,2 82,7 82,5 81,7 81,3 80,8 80,4 80,0 79,6 79,2 78,8 78,4 78,0 77,7 77,4 77,1 76,7 76,4 76,0 75,6 75,3 74,9 74,6	B ₁	69,2 69,6 69,3 69,0 68,8 68,5 68,3 68,0 67,8 67,5 67,2 67,0 66,7 66,4 66,2 65,9 65,7 65,4 65,2 65,0 64,7 64,5 64,2 64,0 63,8 63,5 63,3 63,1	10,0	59,4
				10,1	59,2
				10,2	59,0
				10,3	58,7
				10,4	58,5
				10,5	58,3
				10,6	58,1
				10,7	57,9
				10,8	57,7
				10,9	57,5
				11,0	57,3
				11,1	57,1
				11,2	56,8
				11,3	56,6
				11,4	56,4
				11,5	56,2
				11,6	56,0
				11,7	55,8
				11,8	55,6
				11,9	55,4
				12,0	55,3
				12,1	55,1
				B ₂	54,8 54,6 54,4 54,3 54,1 53,9
				12,2	
				12,3	
				12,4	
				12,5	
				12,6	
				12,7	

Ploščina trikotnika (v cm ²)	Kakovostna številka	Ploščina trikotnika (v cm ²)	Kakovostna številka
12,8	53,7	C ₁	44,8
12,9	53,4		
13,0	53,3		
13,1	53,2		
13,2	53,0		
13,3	52,8		
13,4	52,6		
13,5	52,4		
13,6	52,2		
13,1	52,0		
13,8	51,8		
13,9	51,6		
14,0	51,4		
14,1	51,2		
14,2	51,1		
14,3	50,9		
14,4	50,8		
14,5	50,6		
14,6	50,4		
14,7	50,2		
14,3	50,0		
14,9	49,8	C ₁	44,6
15,0	49,6		
15,1	49,4		
15,2	49,2		
15,3	49,0		
15,4	48,8		
15,5	48,6		
15,6	48,4		
15,7	48,3		
15,8	48,1		
15,9	47,9		
16,0	47,7		
16,1	47,6		
16,2	47,4		
16,3	47,2		
16,4	47,0		
16,5	46,8		
16,6	46,7		
16,7	46,5		
16,8	46,4		
16,9	46,2		
17,0	46,0		
17,1	45,8		
17,2	45,6		
17,3	45,4		
17,4	45,3		
17,5	45,1		
17,6	45,0		

Ploščina trikotnika (v cm ²)	Kakovostna številka	Ploščina trikotnika (v cm ²)	Kakovostna številka
22,4	37,4	C ₂	29,8
22,5	37,2		
22,6	37,1		
22,7	36,9		
22,8	36,7		
22,9	36,3		
23,0	36,5		
23,1	36,3		
23,2	36,2		
23,3	36,0		
23,4	35,9		
23,5	35,7	27,5	29,8
23,6	35,6	27,6	29,7
23,7	35,4	27,2	29,5
23,8	35,3	27,8	29,4
23,9	35,1	27,9	29,3
24,0	35,0	28,0	29,1
24,1	34,8	28,1	29,0
24,2	34,7	28,2	28,8
24,3	34,5	28,3	28,7
24,5	34,2	28,4	28,5
24,6	34,1	28,5	28,4
24,7	33,9	28,6	28,3
24,8	33,8	28,7	28,2
24,9	33,6	28,8	28,0
25,0	33,5	28,9	27,8
25,1	33,4	29,0	27,7
25,2	33,2	29,1	27,5
25,3	33,1	29,2	27,4
25,5	32,9	29,3	27,3
25,4	32,7	29,4	27,2
25,6	32,6	29,5	27,0
25,7	32,5	29,6	26,9
25,8	32,3	29,7	26,7
25,9	32,1	29,8	26,6
26,0	32,0	29,9	26,4
26,1	31,9	30,0	26,3
26,2	31,7	31,0	24,9
26,3	31,6	32,0	23,5
26,4	31,5	33,0	22,2
26,5	31,3	34,0	20,8
26,6	31,2	35,0	19,5
26,7	31,0	36,0	18,2
26,8	30,8	37,0	16,9
26,9	30,7	38,0	15,6
27,0	30,5	39,0	14,3
27,1	30,4	40,0	13,0
27,2	30,3	41,0	11,7
27,3	30,1	42,0	10,4
27,4	30,0	43,0	8,1
		44,0	7,8
		45,0	6,5
		46,0	5,3
		47,0	4,0
		48,0	2,7
		49,0	1,4
		50,0	0,0

2.2.26 Določanje fizikalnih lastnosti pšenične moke z Brabenderovim ekstenzografom

Princip in uporaba

Princip temelji na izdelavi testa v farinografu, ki se nato na običajen način oblikuje v ekstenzografu. Po določenem času se nato raztegne, pisalom pa riše krivuljo, ki kaže odpornost testa proti raztezanju.

Metoda se uporablja za testo iz pšenične moke pri določanju raztegljivosti.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) natrijev klorid, tehnični;
- 2) koruzni škrob;
- 3) parafinsko olje.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) Brabenderov ekstenzograf in termostatski obojni črpalko;
- 2) Brabenderov farinograf;
- 3) tehtnico z utežmi z občutljivostjo $\pm 0,1$;
- 4) plastično lopatico;
- 5) signalno uro;
- 6) laboratorijsko čašo 250 ml;
- 7) termometer z razdelbo do 50 °C;
- 8) Tiborjevo tabelo za korekcijo dodane vode;
- 9) škarje za rezanje testa;
- 10) planimeter.

Kontrola aparatov

Termostat za obojni črpalko vključimo precej pred uporabo (približno 1 h), da bi oba aparata dosegla temperaturo med 29 in 30 °C.

Kontrolirati moramo temperaturo vode, ki kroži in temperaturo v farinografski mesilnici in fermentacijskih komorah ekstenzografa.

V vsako fermentacijsko komoro vlijemo v vdolbino podstavka malo tople vode najmanj 15 min pred uporabo.

Bireto, vstevši vrh pod pipo, napolnimo z vodo s temperaturo 30 °C.

V 250 ml laboratorijsko čašo odtehtamo 6 g soli in vanjo iz birete dodamo določeno količino vode.

Farinograf vključimo in naravnamo tako, da pisalo riše po ničelnici 1 min.

Postopek

Odtehtamo 300 g moke in jo stresemo v mesilnico, ki jo moramo pokriti. Moko segrevamo 1 min. V sprednji desni kot vključene mesilnice postopoma vlivamo raztopino soli, segreto pri temperaturi 30 °C. Mesilnico pokrijemo. Ko se testo oblikuje, očistimo notranje stene mesilnice z mehko plastično lopatico. Središče krivulje mora biti 5 min po začetku dodajanja vode na 500 $\pm$ 10 F E. V tem trenutku mešanje prekinemo. Če ne dosežemo takoj zahtevane konsistence, mešanje ponavljamo, dokler v 5 min ne dosežemo ustrezne konsistence. Testo vzamemo iz mesilnice. Odtehtamo 2 kosa testa po 150 g $\pm$ 0,1 g. Enega damo v homogenizator in ga 20-krat zavrtimo. Nato ga vzamemo iz homogenizatorja, potresemo s škrobom in položimo na valj, pri tem pa pazimo, da položimo testo na sredino valja, in sicer najprej s spodnjo stranjo. Testo vzamemo iz homogenizatorja in položimo na sredino modela,

ki smo ga poprej namazali s parafinskim oljem, močno pritisnemo z vilicami in postavimo v fermentacijsko komoro. Signalno uro nastavimo na 45 min. Drugi kos testa oblikujemo na enak način in postavimo v fermentacijsko komoro. Tri pisala napolnimo s črnilom, in sicer eno z modrim, eno rdečim in eno zelenim. Modro pisalo postavimo na ničlišče črte raztezanja. Ko poteče 45 min, odkar smo testo postavili v fermentacijsko komoro, postavimo prvi model na krak tehtnice. Pisalo namestimo na 0 EE, vzvod s kljuko pa aktiviramo in ustavimo, ko se testo pretrga. Diagramski papir vrnemo na ničlišče črte raztezanja. Testo odstranimo z vilic in kljuke. Kljuko ponovno vrnemo v začetno lego. Homogeniziranje in oblikovanje ponavljamo. Signalno uro ponovno nastavimo na 45 min, raztezanje, homogeniziranje in oblikovanje drugega kosa testa ponovimo, diagramski papir pa vrnemo na ničlišče raztezanja.

Raztezanje, homogeniziranje in oblikovanje ponovimo in oblikovana kosa ponovno postavimo v fermentacijski komori. 90 min po zamesitvi se z rdečim črnilom nariše čez prvo krivuljo krivulja raztezanja.

Delovni postopek raztezanja ponovimo in oba testa izmenično raztezamo. Ta postopek sledi 135 min po zamesitvi. Krivulja raztezanja se nariše z zelenim črnilom čez prvi dve krivulji.

Prikaz rezultatov

Odpornost

Odpornost pri konstantni deformaciji znaša 0,5 cm. Višina srednje vrednosti dveh krivulj, registriranih 135 min po zamesitvi testa, pri 5 cm od začetka krivulje pomeni odpornost testa proti raztezanju pri konstantni hitrosti raztezanja. Izraža se v ekstenzografskih enotah (EE) in zaokroži na 5 EE.

Maksimalna odpornost (O max)

Maksimalna odpornost je srednja vrednost maksimalne višine krivulj, narisanih 135 min po zamesitvi, zaokrožena na 5 EE. Izraža se v ekstenzografskih enotah (EE).

Raztegljivost (R)

Raztegljivost je srednja razdalja, zaokrožena na 0,1 cm, ki jo preide diagramski papir od začetka raztezanja do trenutka, ko se testo pretrga. Registrira se na krivulji, narisani 135 min po zamesitvi. Izraža se v milimetrih.

Energija (E)

Energija je srednja vrednost ploščine, ki jo oblikujejo krivulje, narisane 135 min po zamesitvi. Določa se s planimetriranjem in izraža v kvadratnih centimetrih, zaokroženo na celo število.

Razmerje med odpornostjo proti raztezanju in raztegljivostjo (O/R)

Razmerje O/R je neimenovano število in pomeni količnik številčne vrednosti odpornosti na 5 cm raztezanja in številčne vrednosti raztegljivosti.

2.2.27 Določanje aktivnosti alfa-amilaze z Brabenderovim amilografom

Princip in uporaba

Princip temelji na kontinuiranem spremljanju viskoznosti suspenzije vode in moke, segrevanje pri temperaturi od 25 °C do 96 °C ob stalnem zviševanju temperature. Povečanje viskoznosti, ki spreminja zaklejitev škroba, je več ali manj posledica zviševanja temperature, mehanskega učinka mešanja in amilolitičnega učinka alfa-amilaze, ki je v moki že bila ali ji je bila dodana. Maksimalna viskoznost, ki jo dobimo med analizo, kaže tako aktivnost alfa-amilaze kot obnašanje moke pri zaklejitvi, s tem pa tudi njeno sposobnost za peko.

Metodo uporabljamo za določanje aktivnosti alfa-amilaze v pšenični moki.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) Brabenderov amilograf;
- 2) tehtnico z nosilnostjo 1 kg in občutljivostjo $\pm 0,1$ g;
- 3) posodo iz debelega stekla 1l;
- 4) kovinsko ali plastično lopatico;
- 5) avtomatsko bireto 450 ml.

Kontrola aparatov

Pred določanjem umerimo amilograf tako, da je hitrost gibanja kovinske posode 75 ± 1 vrtljaj/min; hitrost pomikanja papirja $0,5 \pm 0,01$ cm/min; torzijska sila $0,700 \pm 0,015$ g cm/A.e.; stopnja zvišanja temperature $1,5 \pm 0,03$ °C/min kot povprečje za celoten razpon.

Lega vilic v kovinski posodi mora biti taka, da ustreza perforacijam plastične šablone, dobavljene skupaj z aparatom. Dokler je stikalo v nevtralni legi, začetno temperaturo termoregulatorja ročno nastavimo na 25 °C. Pisalo napolnimo s črnilom. Namestimo prazno kovinsko posodo in vilice, glavo aparata spustimo in vilice zvežemo z osjo. Vključimo motor in preverimo, ali pisalo piše po ničelnici papirja. Po potrebi naravnamo lego pisala na držalu. Motor ustavimo, vilice snamemo, glavo aparata pa dvignemo in obrnemo v stran. Vilice snamemo.

Postopek

Odtehtamo 80 g moke, ki jo stresemo v stekleno posodo. Dodamo 450 ml vode. Moko in večji del vode homogeniziramo z laboratorijsko lopatico. Suspenzijo kvantitativno prenesemo v kovinsko posodo. Stekleno posodo s preostalo količino vode dvakrat izperemo. Vilice namestimo v kovinski posodi, glavo aparata spustimo in vilice zvežemo z osjo in vključimo motor. Stikalo za vključitev grelca namestimo v lego UP (AUF). Uro nastavimo na 45 min. Povečanje viskoznosti se registrira, dokler krivulja ne preseže svojega temena.

Če dosega viskoznost več kot 1000 amilografskih enot (AE), uporabljamo pribor za preobtežbo. Če aparat tega pribora nima, vzamemo manj moke. Če smo spremenili maso moke in v drugih posebnih primerih, moramo pri rezultatu to navesti. Ekvivalent 450 g vode moramo vzeti ne glede na to, koliko moke smo vzeli.

Ko krivulja preseže teme, ustavimo motor, zapišemo temperaturo in izključimo grelec. Glavo aparata dvignemo. Vilice snamemo z osi in jih postavimo v kovinsko posodo.

Glavo aparata odmaknemo, kovinsko posodo in vilice odstranimo in operemo, termoregulator pa obrišemo.

Prikazovanje rezultatov

Maksimalna viskoznost je višina sredine krivulje v temenu in se izraža v AE.

Temperaturo začetka zaklejitve; izraženo v °C, izračunamo po naslednji formuli:

$$t_{zz} = 25 + m_1 \cdot 1,5$$

kjer je:

m_1 - čas, izražen v min, ki poteče od trenutka, ko se vključi grelec, pa dokler se ne registrira povečanje viskoznosti. Temperaturo končane zaklejitve, izraženo v °C izračunamo po naslednji formuli:

$$t_{kz} = 25 + m_2 \cdot 1,5$$

kjer je:

m_2 - čas, izražen v min, ki poteče od trenutka, ko se grelec vključi, pa dokler krivulja ne doseže temena.

2.2.28 Določanje količine škroba po Ewersu

Princip

Škrob kaže visoko optično aktivnost, zato ga lahko določimo tudi polarimetrijsko, ko ga poprej s hidrolizo spremenimo v raztopino s pomočjo kisline.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) polarimeter s krožno skalo;
- 3) vodno kopel;
- 4) merilno bučko, 100 ml;
- 5) filtrirni papir;
- 6) cedilni lij;
- 7) pipeti, 2 ml in 20 ml;
- 8) menzuro;
- 9) erlenmajerici, 200 ml in 300 ml.

Raztopine

Uporabljamo naslednje raztopine:

- 1) 1,124 %-no (m/V) klorovodikovo kislino;
- 2) 25 %-no klorovodikovo kislino;
- 3) raztopino Carrez I: odtehtamo 150 g $K_4Fe(CN)_6$ v 1000 ml vode;
- 4) raztopino Carrez II: odtehtamo 300 g $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ali 200 g $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ v 1000 ml vode.

Postopek

Odtehtamo 5 g vzorca z natančnostjo $\pm 0,01$ g in ga s pomočjo lij prenesemo v 100 ml merilno bučko, dodamo 25 ml 1,124 %-ne HCl in dobro premešamo, da se ne naredijo kepice. Nato dodamo 25 ml iste kisline, pri čemer z njo speremo vse delce vzorca, ki so ostali na vratu bučke. Vsebino močno stresemo in kuhamo na vodni kopeli 15 min, pri čemer prve 3 min bučko stresamo. Bučko odstranimo z vodne kopeli in takoj dodamo 10 ml ohlajene destilirane vode, da bi hidrolizo hitro prekinili, nato pa bučko še naprej hladimo pod curkom vodovodne vode.

Po hlajenju dodamo 20 ml 25 %-ne HCl in 2 ml Carrez I, vsebino stresemo, dodamo 2 ml Carrez II, ponovno stresemo in bučko do oznake dopolnimo z destilirano vodo, stresemo in filtriramo skozi suh naguban filtrirni papir, pri čemer prve količine filtrata vlijemo nazaj. S popolnoma bistrim filtratom napolnimo cev polarimetra in odčitamo sučni kot ravnine polarizirane svetlobe.

Izračunavanje

Količino škroba izražamo v odstotku suhe snovi in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{škrob (v \%)} = \frac{100 \cdot 100}{(\alpha)_D^{20} \cdot 1 \cdot g} \cdot \frac{100}{100 - v}$$

kjer je:

a - odčitani zasuk na polarimetru;

l - dolžina cevi v cm;

$(\alpha)_D^{20}$ - specifični zasuk škroba

v - delež vlage v vzorcu;

g - odtehtana količina vzorca.

Specifični zasuk škroba:

oves		181,3
pšenica		182,7
rž		184,0
ječmen		181,5
koruza		184,6
riž		185,9.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, opravljenih vzporedno ali drugo za drugim, ne sme biti večja od 0,3 % absolutne vrednosti količine škroba.

2.3 Fizikalno-kemijske analize pekovskih izdelkov

2.3.1 Določanje količine vode

Princip in uporaba

Metoda temelji na sušenju vzorca pri določeni temperaturi 130 °C za določen čas. Izguba mase, izražena v odstotkih, označuje količino vode v izdelku. Vodo določamo v izdelku s skorjo ali samo v sredici izdelka.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) kovinske posodice za sušenje s pokrovom, odporne proti koroziji, ki imajo premer 60 mm in so visoke najmanj 25 mm;
- 3) električni sušilnik z možno ustavitvijo temperature in zadostnim kroženjem zraka;
- 4) eksikator z učinkovitim sušivom.

Priprava vzorca

Odtehtamo približno 300 g vzorca z natančnostjo 0,01 g, nato pa ga narežemo na rezine, debele 1 do 1,5 cm, ki jih sušimo na zraku ali pri temperaturi od 40 do 50 °C. Po sušenju vzorec stehtamo, da bi lahko izračunali količino vode v prej posušenem vzorcu. Vzorec nato zmeljemo brez izgube, tako da ga lahko presejemo skozi sito z 1 mm luknjicami.

Če imajo izdelki veliko maso, jih z ostrim nožem razrežemo na pol ali na 4 enake dele, nato pa polovico ali dve nasprotni četrtini izdelka najprej sušimo, kot je že navedeno.

Izdelkov z majhnim deležem vode (prepečenec ipd.) ni treba prejšje sušiti. Potrebna količina vzorca znaša 100 do 200 g.

Postopek

V posušeno in stehtano kovinsko posodo odtehtamo 3 do 5 g vzorca z natančnostjo 0,01 g, ki smo ga prej posušili, zdrobili in zmešali, ter ga 90 min sušimo pri temperaturi 130 °C, nato ga ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Izdelke, ki vsebujejo več kot 5 % maščobe, sušimo pri temperaturi 105 °C do konstantne mase.

Če moramo določiti samo količino vode v sredici izdelka, skorjo odstranimo, s sredico pa ravnamo na opisani način, ali pa s kovinskim valjem s premerom 3 do 4 cm vzamemo nekaj vzorcev.

V poročilu o opravljeni analizi moramo vedno navesti, ali se rezultati nanašajo samo na sredico izdelka ali na izdelek s skorjo.

Če ne moremo določiti količine vode v izdelku neposredno po prejemu ali jemanju vzorca za analizo, določimo njegovo maso, nato pa ga pred analizo ponovno stehtamo. Iz stehtane mase in ugotovljene količine vode v vzorcu izračunamo količino vode v izdelku.

Izračunavanje

Količino vode a izražamo v odstotkih in izračunamo po naslednji formuli:

$$a = V_1 + V_2 + V_3$$

kjer je:

V_1 , V_2 , V_3 - količina vode, določena v posameznih delovnih fazah, izražena v odstotkih glede na izdelek v začetnem stanju;

$$V_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100$$

kjer je:

V_1 - količina vode, izgubljena s sušenjem od trenutka, ko je bil vzorec prejet ali vzet, do začetka analize;

m_1 - začetna masa, izdelka v g;

m_2 - masa izdelka pred začetkom analize;

$$V_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \cdot (100 - V_1)$$

kjer je:

V_2 - količina vode v masi po sušenju pri temperaturi od 40 do 50 °C, izražena v odstotkih glede na izdelek v začetnem stanju;

m_3 - masa celega izdelka, njegove polovice ali četrtine, stehtanega za sušenje pri temperaturi od 40 do 50 °C, v g;

m_4 - masa posušenega vzorca pri 40 do 50 °C pred drobljenjem v g;

$$V_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \cdot (100 - V_1 - V_2)$$

kjer je:

V_3 - povprečna vrednost v masi dveh vzporednih analiz pri končnem analitičnem določanju pri 130 °C ali 105 °C, izražena v odstotkih glede na izdelek v začetnem stanju;

m_5 - masa grobo zdrobljenega posušenega vzorca;

m_6 - masa vzorca po končanem sušenju.

2.3.2 Določanje kislinske stopnje kruhove sredice

A) Volumetrijsko določanje

Pribor

Uporabljammo naslednji pribor:

- 1) porcelansko terilnico;
- 2) pipete;
- 3) birete;
- 4) graduirani valj 100 ml.

Reagenti

Uporabljammo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 2) 1 %-no raztopino fenolftaleina v nevtralnem etanolu;
- 3) nevtralni aceton.

Postopek

Odtehtamo 5 do 10 g sredice vzorca kruha in jo v porcelanski terilnici namočimo s 5 ml nevtralnega acetona (zaradi česar se sredica razpade in naprej lažje obdeluje), nato pa homogeniziramo s 100 ml sveže prekuhane in ohlajene vode. Zmesi dodamo 1 ml etanolne raztopine fenolftaleina in takoj titriramo z $0,1 \text{ mol (NaOH)/l}$ do rdečkaste barve, ki mora biti obstojna vsaj 15 s. Pri temnem kruhu težko opazimo spremembo barve, zato moramo uporabiti elektrometrijsko titracijo.

Izračunavanje

Kislota izražamo kot kislinsko stopnjo, ki označuje število mililitrov 1-molske raztopine alkalij, potrebnih za nevtralizacijo celotnih kislin v 100 g kruhove sredice in izračunamo po naslednji formuli:

$$\frac{a \cdot 10}{b}$$

kjer je:

- a - število mililitrov $0,1 \text{ mol/(NaOH)/l}$, porabljenih za nevtralizacijo celotnih kislin;
b - odtehtana masa vzorca.

Ponovljivost

Dovoljeni odstopki med dvema določanjema, ki ju je vzporedno ali drugo za drugim opravil isti analitik, smejo biti pri kislinski stopnji 5 do 0,3 enote, pri kislinski stopnji več kot 5 pa do 0,5 enote.

B) Elektrometrijsko določanje

Pribor

Uporabljammo naslednji pribor:

- 1) napravo za elektrometrijsko titracijo.

Reagenti

Uporabljammo naslednji reagent:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Postopek

V 20 ml čaši homogeniziramo 40 g kruhove sredice s 100 ml sveže prekuhane in ohlajene vode tako, da ne ostanejo kepice. Ob stalnem mešanju dodamo vsako sekundo po 1 kapljico 0,1 mol (NaOH)/l, dokler ne dobimo pH vrednosti 8,5. Porabljena količina ml 0,1 mol (NaOH)/l pri odtehtani masi 10 g da neposredno stopnjo kislosti. Titriramo do pH vrednosti 8,5, tako da rezultate lahko primerjamo z običajno titracijo vodne suspenzije ob fenolftaleinu, katerega barva se spremeni pri navedeni pH vrednosti.

2.3.3 Določanje količine surovih beljakovin (makropostopek)**Princip**

Količino beljakovin določamo neposredno z izračunavanjem iz količine dušika, določenega po Kjeldahlovi metodi. Dobljeni rezultat za dušik pomnožimo s faktorjem 6,25, da bi dobili količino beljakovin.

Postopek

Z natančnostjo 0,001 g odtehtamo približno 1,5 do 2 g na zraku sušenega vzorca, ki ga dobro premešamo ali 5 g dobro premešanega vzorca svežega izdelka.

Ker v tako majhni količini svežega izdelka težko dosežemo razmerje med skorjo in sredico, je bolje, da za analizo vzamemo na zraku sušeno snov (kot pri določanju količine vode). Odtehtani vzorec damo v 500 ml Kjeldahlovo bučko in naprej ravnamo na način, opisan pri določanju količine beljakovin v žitu in mlevskih izdelkih (točka 2.2.12).

2.3.4 Določanje količine maščobe po Weibull-Stoldt

Količino maščobe v pekovskih izdelkih določamo po tretiranju s klorovodikovo kislino in ekstrakciji maščobe. Metoda je opisana pod točko 2.2.15 te priloge. Na ta način - z razgraditvijo s kislino - dobljene maščobe ne moremo uporabiti za določanje kislinkega števila in refrakcije.

Postopek in način izračunavanja sta enaka kot pri določanju maščobe v žitu in mlevskih izdelkih.

2.3.5 Določanje količine mleka iz količine laktoze**Pribor**

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) avtoklav;
- 2) centrifugo;
- 3) termostat;
- 4) terilnico s pestilom in premerom približno 8 cm;
- 5) merilni bučki, 50 ml in 500 ml;
- 6) lij s premerom od 6 do 8 cm;
- 7) erlanmajerice, 200 ml, 300 ml in 500 ml;
- 8) pipete, 5 ml, 25 ml in 100 ml;
- 9) filtrirni lonček;
- 10) puhalko;
- 11) merilni valj, 100 ml;
- 12) naguban filtrirni papir.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) odtehtamo 1 do 2 g peptona in 2 g natrijevega klorida ter to raztopimo v 100 ml vode in 20 min steriliziramo v avto-klavu pri temperaturi 115 °C;
- 2) pekovski kvas: 25 g svežega pekovskega kvasa petkrat izperemo s po 100 ml vode in po vsakem izpiranju centrifugiramo.
Voda, ki jo dobimo pri zadnjem izpiranju, mora biti popolnoma bistra. Izprani kvas nato homogeniziramo s 100 ml vode in hranimo pri temperaturi do 4 °C. Suspenzijo kvasa lahko uporabimo najdlje 24 h po pripravi;
- 3) raztopino Fehling I: odtehtamo 34,6 g bakrovega sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) in ga raztopimo v vodi v 500 ml merilni bučki ter do oznake dopolnimo z vodo;
- 4) raztopino Fehling II: odtehtamo 173 g kalij natrijevega tartrata in 50 g natrijevega hidroksida in raztopimo v vodi; ko se ohladi, v 500 ml merilni bučki dopolnimo z vodo.

Postopek

Odtehtamo 25 g sredice vzorca pekovskega izdelka, za katerega smo prej določili količino vode, jo homogeniziramo z nekoliko vode v terilnici, nato pa ob izpiranju z vodo (skupaj 250 ml) prenesemo v 500 ml merilno bučko, stresamo nekaj minut, do oznake dopolnimo z vodo, premešamo in pustimo nekaj ur pri sobni temperaturi. Tekočino nad usedlino nato dekantiramo skozi filtrirni papir in 100 ml bistrega filtrata s pipeto odmerimo v 200 ml erlenmajerico, dodamo 5 ml peptonske raztopine, nekaj porcelanskih črepinj, pazljivo segrevamo dokler ne zavre, uparimo na 10 do 12 ml, nato pa zamašimo z vato in 20 min steriliziramo pri temperaturi 115 °C. Ko se ohladi, dodamo v sterilnih razmerah pekovski kvas in pustimo 30 h v termostatu pri temperaturi 30 °C. Nato prekuhamo ter ob izpiranju z vodo prenesemo v 50 ml merilno bučko, do oznake dopolnimo z vodo, premešamo in filtriramo. V 25 ml filtrata določimo količino laktoze po Soxhletu. Po 25 ml raztopin Fehling I in Fehling II ter 25 ml raztopine laktoze (filtrat) segrevamo, dokler ne zavre in kuhamo 6 min.

Usedlino izperemo z vročo vodo (50 °C), pri čemer pazimo, da vso usedlino bakrovega oksida iztresemo v filtrirni papir in da jo prekriva tekočina. Na koncu usedlino izperemo z 10 ml alkohola in 10 ml etra. Lonček sušimo v termostatu 0,5 h pri temperaturi od 100 do 105 °C $\pm$ 1 °C, hladimo v eksikatorju 0,5 h in stehtamo. Glede na dobljeno količino bakrovega oksida odčitamo iz tabele 9 ustrezno vrednost za laktozo.

Tabela 9. Količina laktoze glede na dobljeno količino bakrovega oksida

Bakrov oksid (mg)	Baker (mg)	Laktoza (mg)
1	2	3
10	8,9	5,1
11	9,8	5,8
12	10,7	6,4
13	11,5	7,1
14	12,4	7,7
15	13,3	8,4
16	13,2	9,0
17	15,1	9,7
18	16,0	10,3
19	16,9	11,0
20	17,8	11,6
21	18,6	12,3

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
22	19,5	12,9
23	20,4	12,6
24	21,3	14,2
25	22,2	14,8
26	23,1	15,5
27	24,0	16,2
28	24,9	16,8
29	25,8	17,5
30	26,6	18,1
31	27,5	18,7
32	28,4	19,4
33	29,3	20,0
34	30,2	20,7
35	31,1	21,3
36	32,0	22,0
37	32,9	22,6
38	33,7	23,8
39	34,6	23,9
40	35,5	24,6
41	36,4	25,2
42	37,3	25,9
43	38,2	26,5
44	39,1	27,2
45	40,0	27,8
46	40,8	28,5
47	41,7	29,1
48	42,6	29,8
49	43,5	30,4
50	44,4	31,1
51	45,3	31,7
52	46,2	32,4
53	47,1	33,0
54	48,0	33,7
55	48,8	34,3
56	49,7	34,9
57	50,6	35,6
58	51,5	36,2
59	52,4	36,9
60	53,3	37,5
61	54,2	38,2
62	55,1	38,8
63	55,9	39,4
64	56,8	40,1
65	57,7	40,8
66	58,6	41,4
67	59,5	42,0
68	69,4	42,7

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
69	60,3	43,3
70	62,2	44,0
71	63,0	44,6
72	63,9	45,3
73	64,8	45,9
74	65,7	46,6
75	66,6	47,2
76	67,5	47,9
77	68,4	48,5
78	69,3	49,2
79	70,2	49,3
80	74,6	53,1
81	71,0	50,4
82	71,9	51,1
83	72,3	51,8
84	73,7	52,4
85	75,5	53,7
86	76,4	54,4
87	77,3	55,0
88	78,1	55,7
89	79,0	56,3
90	79,9	57,0
91	80,8	57,6
92	81,7	58,2
93	82,6	58,9
94	83,5	59,6
95	84,4	60,2
96	85,2	60,8
97	86,1	61,4
98	87,0	62,1
99	87,9	62,8
100	88,8	63,4
101	89,7	64,0
102	80,6	64,6
103	91,5	65,3
104	92,3	66,0
105	93,2	66,6
106	94,1	67,2
107	95,0	67,9
108	95,9	68,6
109	96,8	69,2
110	97,7	69,9
111	98,6	70,5
112	99,4	71,2
113	100,3	71,9
114	101,2	72,5
115	102,1	73,2

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
116	103,0	73,8
117	103,9	74,5
118	104,8	75,1
119	105,7	75,8
120	106,6	76,5
121	107,4	77,1
122	108,3	77,7
123	109,2	78,4
124	110,1	79,1
125	111,0	79,8
126	111,9	80,4
127	112,8	81,0
128	113,7	81,7
129	114,5	82,3
130	115,4	83,0
131	116,3	83,7
132	117,2	84,4
133	118,1	85,0
134	119,0	85,6
135	119,9	86,3
136	120,8	87,0
137	121,6	87,7
138	122,5	88,3
139	123,4	89,0
140	124,3	89,6
141	123,2	90,3
142	126,1	91,0
143	127,0	91,6
144	127,9	92,2
145	128,8	92,9
146	129,6	93,6
147	130,5	94,3
148	131,4	94,9
149	132,3	95,6
150	133,2	96,2
151	134,1	96,9
152	135,0	97,6
153	135,9	98,2
154	136,8	98,8
155	137,6	99,5
156	138,5	100,2
157	139,4	100,8
158	140,3	101,5
159	141,2	102,2
160	142,1	102,8
161	143,0	103,5
162	143,9	104,2

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
163	144,7	104,9
164	145,6	105,6
165	146,5	106,2
166	147,4	106,9
167	148,3	107,6
168	149,2	108,2
169	150,1	108,9
170	151,0	109,6
171	151,8	110,2
172	152,7	110,9
173	153,6	111,6
174	154,5	112,3
175	155,4	113,0
176	156,3	113,6
177	157,2	114,3
178	158,1	115,0
179	159,0	115,6
180	159,8	116,3
181	160,7	117,0
182	161,6	117,6
183	162,5	118,3
184	163,4	119,0
185	164,3	119,7
186	165,2	120,3
187	166,1	121,0
188	166,9	121,7
189	167,8	122,4
190	168,7	123,0
191	169,6	123,7
192	170,5	124,3
193	171,4	125,0
194	172,3	125,6
195	173,2	126,3
196	174,0	127,0
197	174,9	127,7
198	175,8	128,4
199	176,7	129,1
200	177,6	129,7
201	178,5	130,4
202	179,4	131,1
203	180,3	131,8
204	181,2	132,4
205	182,0	133,1
206	182,9	133,8
207	183,8	134,5
208	184,7	135,2
209	185,6	135,8

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
210	186,5	136,5
211	187,4	137,3
212	188,3	137,9
213	189,1	138,6
214	190,0	139,3
215	190,9	140,0
216	191,8	140,6
217	192,7	141,3
218	193,6	142,0
219	194,5	142,6
220	195,4	143,3
221	196,2	144,0
222	197,1	144,7
223	198,0	145,4
224	198,9	146,1
225	199,8	146,8
226	200,7	147,5
227	201,6	148,1
228	202,5	148,8
229	203,4	149,4
230	204,2	150,1
231	205,1	150,8
232	206,0	151,4
233	206,9	152,1
234	207,8	152,8
235	208,7	153,4
236	209,6	154,1
237	210,5	154,8
238	211,3	155,4
239	212,2	156,1
240	213,1	156,8
241	214,0	157,4
242	214,9	158,1
243	215,8	158,7
244	216,7	159,4
245	217,6	160,1
246	218,4	160,7
247	219,3	161,4
248	220,2	162,0
249	212,1	162,7
250	222,0	163,4
251	222,9	164,0
252	223,8	164,7
253	224,7	165,1
254	225,6	166,0
255	226,4	166,7
256	227,3	167,3

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
257	228,2	168,0
258	229,1	168,7
259	230,0	169,4
260	230,9	170,0
261	231,8	170,7
262	232,7	171,3
263	233,5	172,0
264	234,4	172,6
265	235,3	173,3
266	236,2	174,0
267	237,1	174,7
268	238,0	175,4
269	238,9	176,1
270	239,8	176,8
271	240,6	177,5
272	241,5	178,2
273	242,4	178,6
274	243,3	179,5
275	244,2	180,2
276	245,1	180,9
277	246,0	181,6
278	246,9	182,3
279	247,8	183,0
280	248,6	183,6
281	249,5	184,3
282	250,4	185,0
283	251,3	185,7
284	252,2	186,4
285	253,1	187,1
286	254,0	187,8
287	264,9	188,5
288	255,7	189,1
289	256,6	190,1
290	257,5	190,5
291	258,4	191,2
292	259,3	191,9
293	260,2	192,6
294	261,1	193,3
295	262,0	194,0
296	262,8	194,7
297	263,7	195,4
298	264,6	196,0
299	265,5	196,7
300	266,4	197,4
301	267,3	198,1
302	268,2	198,8
303	269,1	199,5

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
304	270,0	200,2
305	270,8	200,9
306	271,7	201,6
307	272,6	202,3
308	273,5	203,0
309	274,4	203,7
310	275,3	204,4
311	276,2	205,2
312	277,1	205,9
313	277,9	206,6
314	278,8	207,3
315	279,7	208,0
316	280,6	208,7
317	281,5	209,5
318	282,4	210,2
319	283,3	210,9
320	284,2	211,6
321	285,0	212,3
322	385,9	213,0
323	286,8	213,7
324	287,7	214,4
325	288,6	215,2
326	289,5	215,9
327	290,4	216,6
328	291,3	217,3
329	292,2	218,0
330	293,0	218,8
331	293,0	219,5
332	294,8	220,2
333	295,7	220,9
334	296,6	221,6
335	297,5	222,4
336	298,4	223,1
337	299,3	223,8
338	300,1	224,5
339	301,0	225,2
340	301,9	225,9
341	302,8	226,6
342	303,7	227,2
343	304,6	227,9
344	305,5	228,6
345	306,4	229,3
346	307,2	230,0
347	308,1	230,7
348	309,0	231,4
349	309,9	232,1
350	310,8	232,8

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
351	311,7	233,5
352	312,6	234,2
353	313,5	234,9
354	314,4	135,6
355	315,2	236,3
356	316,1	237,1
357	317,0	237,7
358	317,9	238,4
359	318,8	239,1
360	319,7	239,8
361	320,6	240,5
362	321,5	241,2
363	322,3	241,8
364	324,2	242,5
365	324,1	243,2
366	325,0	244,0
367	325,9	244,6
368	326,8	245,2
369	327,7	245,9
370	328,6	246,6
371	329,4	247,3
372	330,3	248,0
373	331,2	248,7
374	332,1	249,4
375	333,0	250,1
376	333,9	250,8
377	334,8	251,6
378	335,7	252,3
379	336,6	253,0
380	337,4	253,7
381	338,3	254,4
382	339,2	255,1
383	340,1	255,8
384	341,0	256,6
385	341,9	257,8
386	342,8	258,0
387	343,7	258,7
388	344,5	259,5
389	345,4	260,2
390	346,3	260,9
391	347,2	261,6
392	348,1	262,3
393	349,0	263,1
394	349,0	263,8
395	350,8	264,5
396	351,6	265,2
397	352,5	265,9

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
398	353,4	266,7
399	354,3	267,4
400	355,2	268,1
401	356,1	268,8
402	357,0	269,6
403	357,9	270,3
404	358,8	271,0
405	359,6	271,8
406	360,5	272,5
407	361,4	273,2
408	362,3	274,0
409	363,2	274,7
410	364,1	275,5
411	365,0	276,2
412	365,9	276,9
413	366,7	277,7
414	367,6	278,4
415	368,5	279,1
416	369,4	279,9
417	370,3	279,9
418	371,2	281,4
419	372,1	282,2
420	373,0	283,0
421	373,8	283,7
422	374,7	284,5
423	375,6	285,2
424	376,5	286,0
425	377,4	286,8
426	378,3	287,6
427	379,2	288,3
428	380,1	289,1
429	381,0	289,9
430	381,8	290,7
431	382,7	291,4
432	383,6	292,2
433	384,5	293,0
434	385,4	293,8
435	386,3	294,5
436	387,2	295,3
437	388,1	296,0
438	388,9	294,8
439	389,8	297,6
440	390,7	298,4
441	391,6	299,2
442	392,5	299,9
443	393,4	300,7
444	394,3	301,4

Bakrov oksid	Baker	Laktoza
(mg)	(mg)	(mg)
1	2	3
445	395,2	302,2
446	396,0	303,0
447	396,9	303,7
448	397,8	304,5
449	398,7	305,2
450	399,6	306,0

Količina sladkorja, izračunana kot laktoza za pekovske izdelke brez mleka, znaša od 0,13 do 0,19 %. Količino dodanega mleka izračunamo na podlagi teoretične količine laktoze pri pekovskih izdelkih z mlekom (4,8 %) ali natančneje glede na količino laktoze v uporabljenem mleku, če je ta količina znana.

Vrednosti od 2,25 do 2,6 laktoze kažejo, da je bilo pecivo zameseno z mlekom.

2.3.6 Določanje količine natrijevega klorida iz alkaliziranega pepela

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) porcelansko posodico s premerom 5 do 6 cm;
- 2) graduirani pipeti, 10 ml in 25 ml;
- 3) merilno bučko, 100 ml;
- 4) bireto, 25 ml;
- 5) erlenmajerice, 100 ml;
- 6) bučko, 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 5 %-no raztopino natrijevega karbonata;
- 2) koncentrirano HNO_3 ;
- 3) raztopino amonijevega rodanida c (NH_4SCN) = 0,1 mol/l;
- 4) raztopino srebrovega nitrata c (AgNO_3) = 0,1 mol/l;
- 5) hladno nasičeno raztopino feriamonijevega sulfata, ki jo okisamo s toliko žveplove kisline, da postane rjave barve.

Postopek

V poprej izžarjeno, ohlajeno in stehtano porcelansko posodico odtehtamo z natančnostjo 0,001 g približno 10 g zdrobljenega vzorca, ga zmešamo z 10 ml 5 %-ne raztopine natrijevega karbonata, uparimo na vodni kopeli, 1 h sušimo v sušilniku pri temperaturi 103 do 105 °C in pazljivo sežigamo (ne pri več kot 600 °C) - plamen mora biti na začetku majhen - dokler ne dobimo belega pepela. Po hlajenju dodamo vrelo vodo in postopoma dušikovo kislino, nato pa prelijemo v 100 ml bučko. Posodo izperemo z dušikovo kislino in nekajkrat z vodo.

Bučko segrevamo, da bi odstranili ogljikov dioksid. Ohlajeno raztopino prelijemo v 100 ml merilno bučko ob večkratnem izpiranju z vodo, dopolnimo do oznake in premešamo. V 25 ml raztopine dodamo 10 ml raztopine srebrovega nitrata, 1 ml raztopine feriamonijevega sulfata, premešamo, nato pa prebitek srebrovega nitrata retitriramo z 0,1 mol/l (NH_4CNS) do rdečkaste barve.

Izračunavanje

1 ml 0,1 mol/l raztopine srebrovega nitrata ustreza 0,00585 g natrijevega klorida.

$$\text{Količina NaCl} = \frac{(b - c) \cdot 0,00585 \cdot 4 \cdot 100}{a}$$

kjer je:

a - odtehtana količina vzorca v g;

b - število mililitrov dodane raztopine srebrovega nitrata;

c - število mililitrov porabljene raztopine amonijevega rodanida.

Določanje z neposredno titracijo**Pribor**

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) terilnico z izlivom, 150 do 200 ml;
- 2) merilno bučko, 200 ml;
- 3) graduirani pipeti, 1 ml in 10 ml;
- 4) lij s premerom 6 do 7 cm;
- 5) erlenmajerici, 100 ml in 200 ml;
- 6) pipeti, 25 ml in 50 ml;
- 7) bireto, 25 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 10 %-no raztopino taninske kisline;
- 2) raztopino svinčevega acetata: odtehtamo 60 g svinčevega acetata $(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in ga v terilnici zmešamo z 20 g svinčeve glajenke (PbO) ter prenesemo v 300 do 400 ml čašo, dodamo 10 ml vode, premešamo, pokrijemo z urnim steklom in segrevamo na vodni kopeli, dokler vsa zmes ne postane enolično bela ali rdečkasto bela. Nato ob mešanju s stekleno palčko po malem dodamo še 100 ml vode. Motno tekočino prelijemo v steklenico in steklenico zamašimo. Ko se usedlina usede, tekočina z usedlino pa postane popolnoma bistra, jo dekantiramo;
- 3) nasičeno raztopino natrijevega sulfata;
- 4) raztopino srebrovega nitrata $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 5) 10 %-no raztopino kalijevega kromata.

Postopek

Odtehtamo 5 do 10 g vzorca svežega ali prej sušenega pekovskega izdelka ter ga 10 do 15 min mešamo s 100 ml vode v terilnici z izlivom. Tekočino dekantiramo v 200 ml bučko, ostanek pa nekajkrat izperemo s 6 do 7 ml vode in vse prenesemo v merilno bučko. Zaradi bistrenja dodamo 10 ml 10 %-ne raztopine taninske kisline, premešamo in dodamo 7 ml raztopine svinčevega acetata. Vsebino ponovno premešamo, nato pa do oznake dopolnimo z nasičeno raztopino natrijevega sulfata, premešamo in filtriramo; 25 ali 50 ml bistrega filtrata titriramo z 0,1 mol $(\text{AgNO}_3)/\text{l}$ ob 1 ml 10 %-ne raztopine kalijevega kromata kot indikatorja, dokler ne postane rdečkaste barve.

Izračunavanje

1 mililiter 0,1 mol raztopine srebrovega nitrata ustreza 0,00585 g natrijevega klorida.

$$\text{Količina NaCl v 100 g pekovskega izdelka (\%)} = \frac{a \cdot 0,00585 \cdot 100}{b}$$

kjer je:

a - 0,1 mol (AgNO_3)/l, porabljenega za titracijo, v ml;

b - masa pekovskega izdelka, vzeta za postopek, v g.

2.3.7 Določanje količine pepela

Količino pepela določamo in izračunavamo na enak način, kot je opisano pri metodi za določanje količine pepela v žitu in mlevskih izdelkih, le da moramo vzorec pripraviti na naslednji način: odtehtamo 50 do 100 g vzorca in ga v dveh stopnjah sušimo po postopku, opisanem pod točko 2.3.1, za določanje vode v pekovskih izdelkih. Vzorec zmeljemo v mlinu, določenem za mletje žita. Od homogeniziranega vzorca odtehtamo potrebno količino in ravnamo po predpisani metodi.

2.3.8 Določanje količine surove celuloze

Količino surove celuloze določamo in izračunavamo na enak način, kot je opisano pri metodi za določanje količine surove celuloze v žitu in mlevskih izdelkih (točka 2.2.14), le da moramo vzorec pripraviti posebej, tako da ga najprej ovlažimo z acetonom, pri čemer popolnoma razpade, nato pa dodamo žveplovo kislino in naprej določamo surovo celulozo.

2.3.9 Določanje količine celotnih sladkorjev po Luff-Schoorlu**Princip**

Metoda temelji na tem, da reducirajoči sladkorji (naravni invert) v določenih pogojih spreminjajo bakrov sulfat (CuSO_4) iz Luffove raztopine v bakrov oksid (Cu_2O). Neporabljeno količino ionov bakra retitriramo z raztopino tiosulfata. Iz razlike med porabo za slepi preskus in preskus odčitamo količino sladkorja iz tabele.

Nereducirajoči disaharid (saharoza) moramo prej s kislino invertirati oziroma hidrolizirati na reducirajoče monosaharide, nato pa ga določimo z Luffovim reagentom. Tako dobimo podatek o celotni količini sladkorja v analiziranem vzorcu (celotni invert).

Iz razlike med dobljenim celotnim invertom in naravnim invertom dobimo količino reducirajočih sladkorjev, nastalih z inverzijo saharoze.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) pipeti, 10 ml in 25 ml;
- 2) erlenmajerico, 300 ml;
- 3) merilne bučke, 100 ml, 200 ml in 500 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

1) Luffov reagent:

- raztopina bakrovega sulfata: 25 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ raztopimo v 100 ml vode;
- raztopina citronske kisline: 50 g $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ raztopimo v 50 ml vode;
- raztopina natrijevega karbonata: 143 g brezvodnega Na_2CO_3 raztopimo v približno 300 ml tople vode in ohladimo. V 1000 ml merilno bučko vlijemo raztopino natrijevega karbonata ter ob pazljivem mešanju dodamo raztopino citronske kisline. Mešamo, dokler se ne neha razvijati ogljikov dioksid, nato pa dodamo raztopino bakrovega sulfata in dopolnimo do 1 l. Pustimo čez noč in po potrebi filtriramo. Kontroliramo molarost: $c(\text{Cu}) = 0,1 \text{ mol/l}$; $c(1/2 \text{Na}_2\text{CO}_3) = 2 \text{ mol/l}$;

2) raztopino natrijevega tiosulfata $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;

3) raztopino škroba: v 1 l vrele vode dodamo 5 g topnega škroba, ki smo ga zmešali s 30 ml vode, kuhamo 3 min, ohladimo in eventualno dodamo 10 mg merkurijodida kot konzervansa;

4) žveplovo kislino $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ mol/l}$;

5) 30 %-no (m/V) raztopino kalijevega jodida;

6) plovec, ki smo ga prekuhali v klorovodikovi kislini, izprali in posušili;

7) izopentanol;

8) natrijev hidroksid $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

9) klorovodikovo kislino $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

10) 1 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu;

11) raztopino Carrez I: raztopimo 21,95 g cinkovega acetata $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ ali 24 g cinkovega acetata $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ in 3 g glacialne očetne kisline ter do 100 ml dopolnimo z vodo;

12) raztopino Carrez II: 10,6 g kalijevega heksacianoferata $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ raztopimo in do 100 ml dopolnimo z vodo;

13) koncentrirano klorovodikovo kislino ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/cm}^3$);

14) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

Kontrola reagenta po Luff-Schoorlu

a) S pipeto odmerimo 25 ml reagenta po Luffu, dodamo 3 g kalijevega jodida in 25 ml 6 mol/l žveplove kisline. Titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega tiosulfata ob škrobu, ki ga dodamo na koncu titracije.

Porabiti moramo 25 ml 0,1 mol/l natrijevega tiosulfata (če ga ne porabimo 25 ml, moramo dodati CuSO_4).

b) V 100 ml merilno bučko odmerimo s pipeto 10 ml reagenta po Luffu in z vodo dopolnimo do oznake. V erlenmajerici zmešamo 10 ml razredčenega reagenta s 25 ml 0,1 mol/l klorovodikove kisline in 10 min segrevamo na vreli vodni kopeli. Raztopino nato ohladimo in do začetne prostornine dopolnimo s svežo prekuhano vodo, nato pa titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida ob fenolftaleinu. Porabiti moramo med 5,5 ml in 6,5 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida.

c) S pipeto odmerimo 10 ml razredčenega reagenta in titriramo z 0,1 mol/l raztopino klorovodikove kisline z dodajanjem fenolftaleina, dokler ne izgine vijoličasta barva. Porabiti moramo od 6 ml do 7,5 ml raztopine klorovodikove kisline.

d) pH vrednost Luffovega reagenta pri temperaturi 20 °C znaša 9,3 do 9,4.

Priprava vzorca

V 400 ml čašo odtehtamo 5 do 10 g vzorca z natančnostjo 0,001 g ter dodamo 200 ml vode. Balastne snovi odstranimo z dodatkom 5 ml raztopine Carrez I in 5 ml raztopine Carrez II. Po vsakem dodatku vsebino dobro premešamo. Celotno količino prelijemo v 250 ml merilno bučko, dopolnimo do oznake, premešamo in filtriramo. To je filtrat I.

Določanje reducirajočih sladkorjev

V 100 ml merilno bučko odmerimo s pipeto 25 ml filtrata I ter do oznake dopolnimo z vodo. V 300 ml erlenmajerico odmerimo s pipeto 25 ml Luffove raztopine, dodamo 25 ml razredčenega filtrata I (vsebovati mora 15 do 60 mg sladkorja) in plovec.

Erlenmajerico segrevamo neposredno na gorilniku, dokler vsebina v njej ne zavre, kar se mora zgoditi po 2 min. Naprej naj vre na azbestni mrežici z okroglo odprtino s premerom 6 cm do 7 cm. Erlenmajerico z gumijastim zamaškom povežemo s povratnim hladilnikom. Od trenutka, ko zavre, kuhamo natančno 10 min, nato pa vsebino bučke ohladimo pod vodnim curkom. Po 5 min dodamo 10 ml raztopine kalijevega jodida ter postopno 25 ml 6 mol/l raztopine žveplove kisline. Raztopino žveplove kisline moramo dodajati pazljivo, ker utegne nastati pena, nato pa ob neprestanem mešanju titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega tiosulfata, dokler barva ne postane rumena. Temu dodamo nekaj mililitrov raztopine škroba in titriranje nadaljujemo z natrijevim tiosulfatom, ki ga dodajamo po kapljicah, dokler modra barva popolnoma ne izgine.

V enakih pogojih moramo opraviti tudi slepi preskus z enako količino Luffovega reagenta, le da namesto razredčenega filtrata I dodamo 25 ml vode.

Izračunavanje reducirajočih sladkorjev

Za postopek smo vzeli 5 g vzorca, ki smo ga razredčili takole:

- 5 g smo razredčili do 250 ml;
- 25 ml smo razredčili do 100 ml.

Če smo za titracijo slepega preskusa (Sp) porabili 24,9 ml 0,1 mol/l raztopine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, za titracijo preskusa (P) pa 20,9 ml iste raztopine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, izračunamo razliko $(\text{Sp} - \text{P}) = 4,0$ ml, to pa ustreza vrednosti 9,7 mg naravnega inverta, odčitani iz tabele 10.

$$\text{Odstotek naravnega inverta} = \frac{250 \cdot 100 \cdot 9,7 \cdot 100}{5 \cdot 25 \cdot 25 \cdot 1000} = 7,76.$$

Določanje celotnih reducirajočih sladkorjev po hidrolizi

V 100 ml merilno bučko odmerimo s pipeto 10 ml filtrata I, razredčimo ga s približno 30 ml vode in dodamo 0,5 ml koncentrirane klorovodikove kisline. Merilno bučko z vsebino postavimo na vrelo vodno kopel, da invertira 30 min, nato pa vsebino nevtraliziramo z 1 mol/l raztopino NaOH ter do oznake dopolnimo z vodo.

Nadaljnji postopek je enak kot pri določanju reducirajočih sladkorjev.

Celotne reducirajoče sladkorje izračunamo po hidrolizi. Za postopek smo odtehtali 5 g vzorca, ki smo ga razredčili takole: 5 g smo razredčili do 250 ml, od tega pa s pipeto odmerili 10 ml in jih razredčili do 100 ml. Za končni postopek smo s pipeto odmerili 25 ml.

Za titracijo slepega preskusa (Sp) smo porabili 24,9 ml 0,1 mol/l raztopine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, za titracijo preskusa (P) pa 9,9 ml iste raztopine, tako da je razlika $(\text{Sp} - \text{P}) = 15$ ml, to pa ustreza vrednosti 38,5 mg celotnih reducirajočih sladkorjev po hidrolizi, odčitani iz tabele 10.

$$\text{Odstotek celotnih reducirajočih sladkorjev po hidrolizi} = \frac{250 \cdot 100 \cdot 38,5 \cdot 100}{5 \cdot 10 \cdot 25 \cdot 1000} = 77,0$$

Izračunavanje odstotka saharoze

Odstotek saharoze izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{odstotek saharoze} = (b - a) \cdot 0,95$$

kjer je:

a = odstotek reducirajočih sladkorjev;

b = odstotek celotnih reducirajočih sladkorjev po hidrolizi.

Opomba: Posebej moramo paziti na količino sladkorja. Na 25 ml Luffove raztopine dodamo 25 ml razredčenega filtrata I, ki sme vsebovati najmanj 15 mg in največ 62 mg reducirajočih sladkorjev, izraženih kot glukoza. Da bi preprečili nastajanje pene, priporočamo, da se pred okisanjem z žveplovo kislino doda 1 ml izopentanol.

Tabela 10. Celotni reducirajoči sladkorji po hidrolizi

Raztopina natrijevega tiosulfata $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ v ml	Glukoza, fruktoza ali invertni sladkor	
	mg	razlika
1	2,4	/
2	4,8	2,4
3	7,2	2,4
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,6
12	30,2	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,9
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	2,9
21	56,0	2,9
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

2.3.10 Določanje količine laktoze

Princip

Reducirajoči sladkor laktoza v določenih pogojih spreminja bakrov sulfat iz Luffove raztopine v bakrov oksid (Cu_2O). Neporabljeno količino ionov bakra (Cu^{2+}) določimo tako, da raztopini dodamo kalijev jodid, pri čemer se izloči ekvivalentna količina elementarnega joda, ki ga ob škrobu določimo s titracijo z raztopino natrijevega tiosulfata.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) merilni bučki, 20 ml in 100 ml;
- 2) trebušaste pipete, 2 ml, 10 ml, 25 ml in 50 ml;
- 3) graduirane pipete, 10 ml;
- 4) Büchnerjev lij;
- 5) erlenmajerico z brušenim zamaškom;
- 6) povratni hladilnik;
- 7) steklene kroglice.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) kalijev oksalat $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$: odtehtamo 10 g kalijevega oksalata, ga raztopimo in do 10 ml dopolnimo z destilirano vodo;
- 2) dinatrijev fosfat $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12 \text{ H}_2\text{O}$: odtehtamo 10 g dinatrijevega fosfata, ga raztopimo in do 100 ml dopolnimo z destilirano vodo;
- 3) diatomejsko zemljo: odtehtamo 50 g Celite 545 in 50 g Celite filter 50 Cel, dobro pomešamo in žarimo pri temperaturi 800°C ;
- 4) Luffov reagent:
 - raztopina citronske kisline: v 50 ml destilirane vode raztopimo 50 g $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, p.a.;
 - raztopino bakrovega sulfata: v 100 ml destilirane vode raztopimo 25 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, p.a.;
 - raztopina natrijevega karbonata: odtehtamo 143 g brezvodnega Na_2CO_3 ali 388 g $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ in ga raztopimo v 300 ml destilirane vode.

V raztopino natrijevega karbonata pazljivo vlijemo raztopino citronske kisline, počasi mešamo, ko pa se neha razvijati CO_2 , dodamo raztopino bakrovega sulfata ter do 1 l dopolnimo z destilirano vodo. Raztopino pustimo čez noč in po potrebi filtriramo;

- 5) raztopino natrijevega tiosulfata 0,1 mol ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)/l;
- 6) 1 %-no (m/V) raztopino škroba;
- 7) raztopino žveplove kisline 6 mol ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$)/l;
- 8) kalijev jodid, p.a.

Postopek

Količino vzorca prilagodimo količini laktoze, ki znaša do 10 g. Vzorec stehtamo z natančnostjo 0,001 g.

Odtehtani vzorec prenesemo v 100 ml merilno bučko in bučko do polovice dopolnimo z destilirano vodo, katere temperatura je 80°C . Ekstrakcija sladkorja traja 30 min, nato pa dodamo 10 ml ZnSO_4 , stresemo in po 5 min dodamo še 8 ml raztopine natrijevega hidroksida. Vsebinsko bučko stresemo, do 100 ml dopolnimo z destilirano vodo in filtriramo skozi Büchnerjev lij v vakuumu. Filtrat mora biti bister in prozoren.

S pipeto odmerimo 50 ml bistrega filtrata v 200 ml merilno bučko, dodamo 2 ml kalijevega oksalata in pustimo 1 min, nato pa dodamo 2 ml dinatrijevega fosfata, do oznake dopolnimo z destilirano vodo in premešamo.

Nato zlijemo vsebino v čašo in dodamo za noževno konico diatomejske zemlje (dvakrat), premešamo in filtriramo skozi nabran filtrirni papir.

V 300 ml erlenmajerico odmerimo s pipeto 25 ml Luffovega reagenta in 25 ml prefiltrirane raztopine sladkorja. Dodamo nekaj kroglic za vrenje in povežemo s povratnim hladilnikom.

Bučko segrevamo na azbestni mrežici, tako da vsebina v njej zavre v 2 min, vreti pa jo pustimo še 10 min.

Vsebino bučke takoj ohladimo na sobno temperaturo, dodamo 3 g kalijevega jodida, ki smo ga raztopili v malo destilirane vode, nato pa ob mešanju zelo pazljivo dodamo 25 ml žveplove kisline 6 mol (1/2 H₂SO₄)/l. Sproščeni jod takoj titriramo z raztopino natrijevega tiosulfata ob raztopini škroba kot indikatorja.

Enako naredimo tudi slepi preskus, le da namesto raztopine sladkorja dodamo ustrezno količino destilirane vode.

Izračunavanje

Od mililitrov raztopine natrijevega tiosulfata, porabljenih za slepi preskus, odštejemo mililitre raztopine natrijevega tiosulfata, porabljene za analizo in iz tabele 11 odčitamo ustrezno maso anhidrida laktoze.

Količino laktoze izražamo v odstotkih anhidrida laktoze na suho snov in izračunamo po naslednji formuli:

$$L_1 = \frac{m \cdot 4}{n}$$

$$L = (L_1 - r) \cdot V$$

$$L = (L_1 - 0,25) \cdot 0,95$$

kjer je:

L - količina anhidrida laktoze v %;

L₁ - nekorrigirana količina anhidrida laktoze v %;

m - anhidrid laktoze, odčitani iz tabele, v mg;

n - porabljena prostornina 2,5 %-ne raztopine sladkorja v ml;

r (0,25) - faktor korekcije zaradi navzočnosti saharoze;

V (0,95) - faktor korekcije za prostornino usedline.

Tabela 11. Odčitavanje mase anhidrida laktoze

ml 0,1 mol (Na ₂ S ₂ O ₃)/l	Anhidrid laktoze v mg	Razlika	Hidrat laktoze v mg	Razlika
1	3,6	3,7	3,8	3,9
2	7,3	3,7	7,7	3,9
3	11,0	3,7	11,6	3,9
4	14,7	3,7	15,5	3,9
5	18,4	3,7	19,4	3,9
6	22,1	3,7	23,3	3,9
7	25,8	3,7	27,2	3,9
8	29,5	3,7	31,1	3,9
9	33,2	3,7	35,0	3,9
10	37,0	3,8	39,0	4,0

ml 0,1 mol (Na ₂ S ₂ O ₃)/l	Anhidrid laktoze v mg	Razlika	Hidrat laktoze v mg	Razlika
11	40,8	3,8	43,0	4,0
12	44,6	3,8	47,0	4,0
13	48,4	3,8	51,0	4,0
14	52,2	3,8	55,0	4,0
15	56,0	3,9	59,0	4,1
16	59,9	3,9	63,0	4,1
17	63,8	3,9	67,2	4,1
18	67,7	4,0	71,3	4,2
19	71,7	4,0	75,5	4,2
20	75,7	4,1	79,7	4,3
21	79,8	4,1	84,0	4,3
22	83,9	4,1	88,3	4,3
23	88,0	4,1	92,6	

2.3.11 Določanje kakovosti (ocena) osnovnih vrst pšeničnega kruha

Kakovost osnovnih vrst pšeničnega kruha določamo po sistemu ponderiranih točk. Za vsako lastnost kakovosti damo posamično oceno v petih stopnjah od 1 do 5. Z množenjem posamične ocene s koeficientom pomembnosti za vsako lastnost kakovosti dobimo zbirno oceno kakovosti izdelka.

Lastnosti kakovosti kruha in peciva so: volumen - koeficient pomembnosti 4, zunanji videz - koeficient pomembnosti 3, videz sredice - koeficient pomembnosti 5, vonj skorje in sredice - koeficient pomembnosti 3, okus skorje in sredice - koeficient pomembnosti 5.

Seštevek koeficientov pomembnosti znaša 20.

Vrednotenje lastnosti kakovosti kruha

1) Volumen kruha določimo z merjenjem obsega po dolžini in širini izdelka s centimetrskim trakom. Dobljeni vrednosti pomnožimo in tako dobimo številko, ki pomeni podatek za oceno volumna.

2) Zunanji videz**Ocena**

- 5 (odličen) Oblika je pravilna, barva in sijaj skorje sta enakomerna in značilna za tip kruha, kruh nima mehurjev in razpok.
- 4 (prav dober) Oblika je delno nepravilna - malo sploščena, barva skorje je komaj opazno neenakomerna, vendar značilna za tip kruha, kruh nima mehurjev in razpok.
- 3 (dober) Oblika je delno nepravilna, neznatno sploščena, malo deformirana, barva skorje je opazno neenakomerna, kruh nima mehurjev in razpok.
- 2 (zadosten) Oblika je nepravilna, sploščena, kruh je malo zmečkan, barva skorje je neenakomerna z bledimi pegami ali močnejše obarvanimi mesti, kruh je delno mehurjast in razpokan na eni strani.
- 1 (nezadosten) Oblika je nepravilna - zelo sploščena, kruh je zelo deformiran, zmečkan, skorja je nepečena, zažgana ali zогlenela z ostanki oglja, brez sijaja, kruh je izrazito mehurjast in razpokan na obeh straneh.

3) Videz sredice**Ocena**

- 5 (odličen) Barva sredice je enakomerna, značilna za vrsto kruha, sredica je popolnoma povezana s skorjo, njena prožnost je odlična ($h = 0$ mm), dobro je pečena (ni gnecasta), nima kepic soli in moke, zvodenelih obročev in mastnih plasti.
- 4 (prav dober) Barva sredice je komaj opazno neenakomerna, značilna za vrsto kruha, sredica je popolnoma povezana s skorjo, prožnost je prav dobra ($h = 1$ do 3 mm) dobro je pečena (ni gnecasta), nima kepic soli in moke, zvodenelih obročev in mastnih plasti.
- 3 (dober) Barva sredice je opazno neenakomerna, značilna za vrsto kruha, skorja je od sredice ločena v dolžini 20 mm, prožnost je dobra ($h = 4$ do 7 mm), sredica je malo vlažna, nima kepic soli in moke, zvodenelih obročev in mastnih plasti.
- 2 (zadosten) Barva sredica je neenakomerna, malo temnejša od barve za zadevno vrsto kruha, skorja je od sredice ločena v dolžini 30 mm, prožnost je zadostna ($h = 8$ do 10 mm), sredica je malo gnecasta z 1 do 2 kg pikama soli in moke, z ozkim zvodenelim obročem, vendar brez mastnih plasti.
- 1 (nezadostno) Barva sredica je zelo neenakomerna, precej temnejša od barve za zadevno vrsto kruha, skorja je od sredice ločena v dolžini več kot 30 mm, prožnost je nezadostna ($h = 10$ mm), sredica je gnecasta s 3 ali več kepicami soli in moke, z zvodenelimi obroči in mastno plastjo.

4) Vonj skorje in sredice**Ocena**

- 5 (odličen) Vonj je zelo izražen, prijeten, značilen za vrsto kruha.
- 4 (prav dober) Vonj je izražen, prijeten, značilen za vrsto kruha.
- 3 (dober) Vonj je slabo izražen, značilen za vrsto kruha, z blagim vonjem po kvasu.
- 2 (zadosten) Vonj ni dovolj izražen, značilen za vrsto kruha, z izraženim vonjem po kvasu.
- 1 (nezadosten) Vonj ni značilen za vrsto kruha (vonj po plesni, neprijeten vonj po kvasu, tuji vonj).

5) Okus skorje in sredice

Ocena

5 (odličen)	Okus je zelo izražen, prijeten, značilen za vrsto kruha, topnost skorje in sredice je odlična (skorja ni trda in žilava, sredica pa se ne lepi in ne drobi).
4 (prav dober)	Okus je izražen, prijeten, značilen za , vrsto kruha, topnost skorje in sredice je prav dobra (skorja je malo trda, sredica pa se ne lepi in ne drobi).
3 (dober)	Okus je slabo izražen, značilen za vrsto kruha, topnost skorje in sredice je dobra (skorja je malo žilava ali trda, sredica pa se malo tepe in malo drobi).
2 (zadosten)	Okus ni dovolj izražen, značilen za vrsto kruha, kruh je malo neslan ali nekoliko preslan, topnost skorje in sredice je nezadostna (skorja je žilava ali pretrda, sredica pa se lepi ali drobi).
1 (nezadosten)	Okus ni značilen za vrsto kruha (zelo kisel, preslan, grenak, priskuten, vonj po plesni, tuji vonj), topnost skorje in sredice je nezadostna (skorja je preveč trda ali žilava, sredica pa se zelo lepi ali drobi).

Če ima kruh pri določanju kakovosti izražene pomanjkljivosti oziroma dobi oceno 1 (nezadosten) za katerokoli lastnost kakovosti, se ne upošteva pri točkovanju (se na točkuje).

Določanje prožnosti kruhove sredice

Prožnost kruhove sredice določamo tako, da kruh, ko ga prerežemo in zmerimo njegovo višino, z dlanjo pritiskamo navzdol 5 s. Po 10 s ponovno izmerimo višino kruha in ugotovimo razliko v višini (h).

Tabela 12. Številčne vrednosti za volumen

Vrsta kruha	Beli kruh iz moke tipa 500	Polbeli kruh iz moke tipa 800	Črni kruh iz moke tipa 1100
1	2	3	4
Masa kruha	a) masa 2 kg		
Ocena			
5- odličen	nad 5300	nad 5150	nad 4850
4- prav dober	od 5001 do 5300	od 4851 do 5150	od 4551 do 4850
3- dober	od 4701 do 5000	od 4551 do 4850	od 4251 do 4550
2- zadosten	od 4401 do 4700	od 4251 do 4550	od 3951 do 4250
1- nezadosten	pod 4401	pod 4251	pod 3951
	b) masa 1 kg		
5- odličen	nad 3500	nad 3400	nad 3200
4- prav dober	od 3301 do 3500	od 3201 do 3400	od 3001 do 3200
3- dober	od 3101 do 3300	od 3001 do 3200	od 2801 do 3000
2- zadosten	od 2901 do 3100	od 2801 do 3000	od 2601 do 2800
1- nezadosten	pod 2901	pod 2801	pod 2601
	c) masa 0,8 kg		

Vrsta kruha	Beli kruh iz moke tipa 500	Polbeli kruh iz moke tipa 800	Črni kruh iz moke tipa 1100
1	2	3	4
5- odličen	nad 2900	nad 2800	nad 2650
4- prav dober	od 2701 do 2900	od 2601 do 2800	od 2451 do 2650
3- dober	od 2501 do 2700	od 2401 do 2600	od 2251 do 2450
2- zadosten	od 2301 do 2500	od 2201 do 2400	od 2051 do 2250
1- nezadosten	pod 2301	pod 2201	pod 2051

d) masa 0,75 kg

5- odličen	nad 2750	nad 2650	nad 2500
4- prav dober	od 2551 do 2750	od 2451 do 2650	od 2301 do 2500
3- dober	od 2351 do 2550	od 2251 do 2450	od 2101 do 2300
2- zadosten	od 2151 do 2350	od 2051 do 2250	od 1091 do 2100
1- nezadosten	pod 2151	pod 2051	pod 1091

e) masa 0,5 kg

5- odličen	nad 2310	nad 2250	nad 2110
4- prav dober	od 2181 do 2310	od 2111 do 2250	od 1981 do 2110
3- dober	od 2051 do 2180	od 1981 do 2110	od 1851 do 1980
2- zadosten	od 1911 do 2050	od 1851 do 1980	od 1701 do 1850
1- nezadosten	pod 1911	pod 1851	pod 1701

"do" v tabeli vključuje tudi vrednost, na katero se nanaša.

PODATKI O DOLOČANJU (OCENI) KAKOVOSTI KRUHA

Ime DO in kraj _____

Ime in priimek ocenjevalca _____

Datum ocenjevanja _____

Vrsta izdelka _____

Oznaka vzorca _____

Deklarirana masa _____ Opombe _____ Opombe _____

Ugotovljena masa _____

Lastnosti kakovosti	koeficient pomembnosti	ocena 1-5	število točk	ocena 1-5	število točk
---------------------	---------------------------	--------------	-----------------	--------------	-----------------

Volumen

Zunanji videz

Videz sredice

Vonj skorje in sredice

Okus skorje in sredice

Seštevek točk:

Podpis ocenjevalca:

2.4 Fizikalno-kemijske analize testenin

2.4.1 Organoleptična ocena testenin

Kakovost testenin se določa (ocenjuje) po merilih, ki obsegajo lastnosti in videz nekuhanega in kuhanega izdelka. Za to ocenjevanje odtehtamo 100 g vzorca.

Organoleptična ocena nekuhanih testenin

Pri nekuhanih testeninah ocenjujemo: zunanjo obliko, videz in prožnost.

Z zunanjo obliko mislimo na enakomernost vzorca po dolžini, širini in debelini. Neenakomerne, deformirane in zlepljene testenine štejemo za izdelke z napako.

Z videzom testenin mislimo na barvo, površinsko gladkost, prozornost in sijaj. Napake pri videzu testenin so:

- večje število belih in temnih peg;
- hrapava površina brez sijaja;
- neenakomerna barva;
- lisaste in razpokane testenine.

Testenine brez jajc so blede sivkaste do temnejše barve, odvisno od tipa moke. Barva jajčnih testenin je svetlo rumena. S prožnostjo testenin mislimo na obnašanje pri lomljenju in na videz preloma. Površine, nastale pri lomljenju, morajo biti enake in steklaste. Napake pri prožnosti testenin so:

- slaba upogljivost dolgih in zvitihi testenin;
- nezadostna trdnost kratkih in drobnih testenin;
- neravna in mokasta površina preloma.

Organoleptična ocena kuhanih testenin

Priprava vzorca za analizo

Odtehtamo 100 g vzorca in ga stresemo v 1 l vrele vode, ki smo ji dodali 5 g kuhinjske soli. Ko stresemo testenine v posodo, voda postopoma neha vreti. Ko voda znova zavre, kuhamo testenine določen čas pri temperaturi, pri kateri zmerno vrejo.

Vrenje prekinemo, preden izgine mokasta plast, tako da posodo z vzorcem odstranimo z grela in jo prekrijemo s platneno krpo, prek katere postavimo pokrov. Testenine ostanejo v pari, dokler ne izgine mokasta plast, to pa ugotovimo tako, da košček testenine stisnemo med dve stekleni ploščici.

Določanje (ocena) vonja, okusa in lepljivosti kuhanih testenin

Pripravljeni kuhani vzorec testenin izperemo z mlačno vodo in odcedimo. Nato ocenimo vonj in okus.

Z izrazom vonj kuhanih testenin je mišljen značilen vonj pravilno izdelanih testenin.

Kisel vonj testenin in vsak tuj vonj, ki ni značilen za kuhane testenine, uvrstimo med napake pri vonju.

Vonj po plesni in podobnem nas opozarja, da so testenine pokvarjene.

Z okusom kuhanih testenin je mišljen značilni okus pravilno izdelanih testenin. Nezadostno aromatičnost in okus, ki ni značilen za kuhane testenine, štejemo za napaki. Okus po plesni, kislosti in podobnem nas opozarja, da so testenine pokvarjene in izdelane iz neustreznih surovin ali nepravilno skladiščene.

S pojmom lepljivost kuhanih testenin je mišljena površinska lepljivost testenin in njihovo medsebojno lepljenje. Lepljivost testenin je posledica slabe kakovosti surovine (moke ali zdroba), neustreznih postopkov sušenja ali nepravilnega razmerja med surovinami pri mešanju.

Pri oceni površinske lepljivosti ocenjujemo testenine, ko so tople in hladne. Pravilno izdelane testenine se ne smejo lepiti niti 10 min po izpiranju in cejenju.

2.4.2 Določanje odstotka razkuhanosti testenin

Pripravljeni kuhani vzorec testenin odcedimo in izperemo s 50 ml mlačne vode (približno 35 °C) ter 2 min odcejamo.

Vodo, v kateri smo testenine kuhali in s katero smo jih izpirali (odcejena voda), zberemo v eno posodo in izmerimo. Od dobro premešane (homogenizirane) odcejene vode odmerimo s pipeto 100 ml in prenesemo v 150 ali 200 ml čašo, uparimo do suhega, ostanek pa 90 min sušimo pri temperaturi 130 °C. Suhi ostanek preračunamo na celotno količino odcejene vode, nato pa na delež suhe snovi v vzorcu testenin.

Izračunavanje

Upoštevajoč korekcijo suhega ostanka za dodano sol, izrazimo rezultat kot odstotek razkuhanosti, izračunamo pa ga po naslednji formuli:

$$\frac{O \cdot (S_o - K)}{100 - V}$$

kjer je:

O - odcejena voda v ml;

S_o - suhi ostanek v 100 ml odcejene vode v g;

K - korekcija za kuhinjsko sol v g;

$$(K = \frac{4,7 \cdot 100}{\text{odcejena voda}} \text{ na podlagi 6 \% vode v soli})$$

V - vlaga testenin.

2.4.3 Določanje povečanja prostornine testenin pri kuhanju

V graduirani 1000 ml valj vlijemo vodo do 500 ml. Nato 100 g nekuhanih testenin stresemo v valj in odčitamo nivo vode. Zvišanje nivoja vode označuje prostornino 100 g testenin. Ponovno odtehtamo 100 g testenin in jih kuhamo po postopku za pripravo vzorca za analizo, opisanem pri metodi za organoleptično oceno kuhanih testenin. Na enak način določimo prostornino kuhanih testenin.

Koeficient povečanja volumna (X) izračunamo po formuli:

$$X = \frac{B}{A}$$

kjer je:

A - prostornina nekuhanih testenin v ml;

B - prostornina kuhanih testenin v ml.

2.4.4 Dokazovanje umetnega barvila

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) epruveto;
- 2) valj s steklenim zamaškom, 25 ml;
- 3) lij s premerom 50 mm;

- 4) laboratorijsko čašo, 25 ml;
- 5) graduirano pipeto, 20 ml;
- 6) graduirano pipeto, 1 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) dietileter;
- 2) 70 %-ni etanol.

Priprava vzorca

Vzorec testenin zmeljemo tako, da ga lahko presejemo skozi sito, ki ima 400 luknjic na 1 cm², premešamo in stresemo v steklenico, ki se dobro zamaši.

Postopek

Odtehtamo po 10 g zelo drobno zmletega vzorca. V eno epruveto vlijemo 15 ml dietiletra, v drugo pa 15 ml 70 %-nega etanola. Obe epruveti zamašimo, dobro stresemo in pustimo mirovati do naslednjega dne. Delež umetnih barvil ocenimo takole:

- 1) če je dietileter ostal brezbarven ali je slabo obarvan, etanol pa je jasno rumeno obarvan, lahko štejemo, za dokazano, da so testenine umetno obarvane;
- 2) če sta obarvana tako etanol kot dietileter, lahko štejemo, da testenine vsebujejo bodisi samo jajca ali jajca in eno izmed barvil, topnih v dietiletru. V tem primeru ravnamo takole:
 - a) v enem delu raztopine dietiletra poteka reakcija na lutein s kalijevim nitratom (glej dokazovanje luteina). Če rumena barva ne izgine, ko dodamo reagent, lahko štejemo za dokazano, da so bile testenine obarvane;
 - b) primerjamo barvo v obeh epruvetah. Če je usedlina v epruveti z etanolom brezbarvna, usedlina v epruveti z dietiletrom pa ne, je to dokaz, da testenine poteg jajc vsebujejo tudi umetna barvila.

Dokazovanje luteina**Pribor**

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) epruveto;
- 2) valj s steklenim zamaškom 25 ml;
- 3) graduirano pipeto 1 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) dietileter;
- 2) razredčeno vodno raztopino kalijevega nitrata (2 do 3 %-no) z nekaj kapljicami očetne kisline, ki jo pripravimo neposredno pred analizo.

Postopek

Odtehtamo 10 g drobno zmletega vzorca in ga v epruveti stresemo s 15 ml dietiletra. Epruveto pustimo zamašeno nekaj ur in jo od časa do časa stresemo. Če je dietiteter ostal brezbarven, testenine niso pripravljene z jajci. Če se dietiteter jasno rumeno obarva, ga odlijemo v drugo epruveto, dodamo nekaj kapljic raztopine kalijevega nitrata in očetne kisline. Rumena barva takoj izgine, če je samo od jajc.

2.4.5 Določanje količine vode

Postopek pri določanju količine vode je enak kot pri določanju količine vode v mlevskih izdelkih, le da moramo vzorec pripraviti tako, da testenine zdrobimo, da bi jih lahko presejali skozi sito z luknjicami 0,250 mm. Pri določanju vode testenin ni treba prej sušiti. Izračunavanje je enako kot pri mlevskih izdelkih.

2.4.6 Določanje kislinske stopnje

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) ročni mlin;
- 2) sito z luknjicami, 150 mikrometrov (sito 10 xxx);
- 3) laboratorijsko čašo, 100 do 150 ml;
- 4) erlenmajerico, 100 ml;
- 5) pipeti, 25 ml in 50 ml;
- 6) naguban filtrirni papir.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 65 %-ni etanol, nevtraliziran s fenolftaleinom;
- 2) raztopino natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 3) 1 %-no nevtralno etanolno raztopino fenolftaleina.

Postopek

Odtehtamo dvakrat po 10 g testenin, ki smo jih prej tako zdrobili, da jih brez ostanka lahko presejemo skozi sito z luknjicami 150 mikrometrov. Tako meljavino stresamo v laboratorijsko čašo in dodamo 50 ml raztopine etanola. Močno stresamo 10 min (po možnosti na magnetnem mešalu), nato pa takoj filtriramo skozi nabran filtrirni papir v erlenmajerico. Ker gre za alkoholno raztopino, morata biti stalno pokriti tako čaša med stresanjem kot lij z erlenmajerico med filtriranjem. Prve količine filtrata vrnemo v čašo, ker jih uporabljamo samo za izpiranje filtrirnega papirja. Od čistega filtrata odmerimo s pipeto 25 ml in titriramo ob alkoholni raztopini fenolftaleina z raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane rožnate barve, ki je obstojna najmanj 1 min.

Izračunavanje

Kislost izražamo kot kislinsko stopnjo, ki označuje število mililitrov 1 mol (NaOH)/l, potrebnih za nevtralizacijo prostih maščobnih kislin v 100 g testenin, izračunamo pa jo po naslednji formuli:

$$\text{kislinska stopnja} = a \cdot 2$$

kjer je:

a - število mililitrov 0,1 (NaOH)/l, porabljenih za nevtralizacijo.

2.4.7 Določanje količine lipidov

Princip

Princip temelji na določanju količine celotnih lipidov.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) vodno kopel;
- 2) aparat za ekstrakcijo po Soxhletu ali Twisselmannu, 250 ml;
- 3) analitsko tehtnico z občutljivostjo $\pm 0,1$ mg;
- 4) bučko za jodno število 250 ml;
- 5) stekleni lij s premerom 45 mm;
- 6) porcelansko ali stekleno terilnico s pestilom in premerom 90 mm;
- 7) laboratorijski komplet sit z luknjicami 0,0250 mm, 0,150 mm in 0,105 mm;
- 8) eksikator;
- 9) ekstrakcijske tulce 33 · 94 mm.

Reagenti in pomožna sredstva

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) benzen, p.a. *;
- 2) 96 %-ni etilalkohol, p.a.;
- 3) eter, p.a.;
- 4) kremenov pesek, ki smo ga poprej 2 h sušili pri temperaturi 105 °C;
- 5) filtrirni papir (Niderschlag 370) s premerom 9 mm;
- 6) sanitetno fino vato (razmaščeno);
- 7) topilo za ekstrakcijo: mešanico etilalkohola in benzena v razmerju 1 : 1.

Postopek

Odtehtamo 10 g zdrobljenih testenin z natančnostjo 0,001 g. Vzorec stresemo v terilnico, nato pa dodamo 10 do 12 g kremenčevega peska. Vsebino dobro homogeniziramo s pestilom (paziti moramo, da ni nobenih izgub), jo kvantitativno prenesemo v ekstrakcijski tulec, terilnico pa najprej zberemo s suho razmaščeno vato, nato pa z vato prepojeno s topilom, pripravljenim za ekstrakcijo. Vato prav tako damo v ekstrakcijski tulec.

Pripravljeni ekstrakcijski tulec z vzorcem postavimo na njegovo mesto v ekstraktorju. Celotno količino topila vlijemo skozi hladilnik ekstraktorja v že pripravljeno Twisselmannovo aparaturu. Če poteka ekstrakcija lipidov po Soxhletovi metodi, vlijemo topilo v že sestavljeno aparaturu tako, da ekstraktor najprej napolnimo, da se ena prostornina topila pretoči, nato pa topilo nalijemo do roba cevi za pretakanje (višina tulca pri delu s Soxhletovim aparatom mora biti nižja od roba cevi za pretakanje).

Za ekstrakcijo lipidov zadostuje 60 do 80 ml mešanice topila.

Po ekstrakciji (ekstrakcija po Soxhletu traja 6 h, po Twisselmannu pa 4 h) uparimo dobljeni ekstrakt na vodni kopeli v digestoriju skoraj do suhega. Na tak ekstrakt vlijemo približno 25 ml etra, zaradi metode ločitve snovi (netopnih v etru) pa zamašeno bučko pustimo vsaj 1 h. Raztopino etra filtriramo skozi lij s premerom 45 mm z ustreznim filtrirnim papirjem, ki smo ga prej ovlažili z etrom. Filtrat lovimo v prej posušeno in stehtano bučko za jodno število. Bučko vsaj dvakrat izperemo s po 10 do 20 ml etra, nato pa filtrirni papir dvakrat izperemo v liju.

Če je zunanja temperatura visoka (poleti), pokrijemo bučko za jodno število in lij z urnim steklom. Topilo iz filtrata uparimo na vodni kopeli v Soxhletovem aparatu.

Bučko za jodno število s preostalimi lipidi sušimo 30 min pa temperaturi 105 °C, hladimo v eksikatorju in stehtamo. Ostanek po sušenju so celotni lipidi.

* Ker je benzen toksičen, moramo z njim previdno ravnati.

Izračunavanje

Količino celotnih lipidov izražamo v odstotkih suhe snovi in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina lipidov} = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100 \cdot \frac{100}{100 - v}$$

kjer je:

m_1 - masa lipidov po sušenju v g;

m_0 - masa vzorca za analizo v g;

v - količina vode v vzorcu, izražena v odstotkih.

Ponovljivost

Razlika med rezultatom dveh določanj, opravljenih vzporedno ali takoj drugo za drugim v istem laboratoriju, ne sme biti večja od 5 % relativne vrednosti.

Maso jajc v gramih, ki je dodana testeninah, izračunamo po naslednji formuli:

$$\frac{4000 \cdot (l_1 - 1,55)}{39,0 - l_1}$$

kjer je:

4000 - faktor za preračunavanje suhe snovi melanže jajc v prahu v sveža jajca;

l_1 - količina dobljenih lipidov v testeninah v odstotkih;

1,55 - koeficient (delež lipidov v moki);

39,0 - delež lipidov v melanži jajc v prahu v odstotkih.

2.5 Fizikalno-kemijske analize hitro zamrznjenega testa**2.5.1 Metoda za pripravo vzorca**

Vzorec delno odtajamo, razrežemo na tanke rezine po vsej širini (testo in nadev), nato pa homogeniziramo in ponovno zamrznemo. Pripravljeni vzorec uporabljamo za kemične in fizikalne analize, in sicer za določanje količine vlage, škroba, beljakovin, maščob in sladkorja.

2.5.2 Določanje količine vode

V poprej posušeno in stehtano posodo odtehtamo 5 g pripravljenega vzorca in ga 16 h sušimo do konstantne mase pri temperaturi 105 °C. Po sušenju postavimo posodo v eksikator, hladimo in stehtamo z natančnostjo 0,001 g.

Izračunavanje

Količino vode izražamo v odstotkih mase in izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{količina vode (v \%)} = \frac{\text{razlika v masi}}{\text{masa vzorca}} \cdot 100$$

2.5.3 Določanje količine surovih beljakovin (makro postopek)

Za določanje količine surovih beljakovin uporabljamo isto metodo kot za določanje surovih beljakovin v žitu in mlevskih izdelkih (makro postopek) (točka 2.2.12).

2.5.4 Določanje količine maščob po Weibull-Stoldt

Za določanje surovih maščob uporabljamo isto metodo, kot je predvidena za določanje surovih maščob v žitu in mlevskih izdelkih (po Weibull-Stoldt) (točka 2.2.15).

2.5.5 Določanje količine celotnih sladkorjev po Luff-Schoorlu

Za določanje sladkorja uporabljamo isto metodo, kot je predvidena za določanje celotnih sladkorjev v pekovskih izdelkih (po Luff-Schoorlu) (točka 2.3.9).

2.5.6 Določanje količine laktoze

Za določanje količine laktoze uporabljamo isto metodo, kot je predvidena za določanje laktoze v pekovskih izdelkih (točka 2.3.10).

**METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE
KAKAVOVIIH ZRN, KAKAVOVIIH IZDELKOV, ČOKOLADI PODOBNIH
IZDELKOV, BONBONSKIH IZDELKOV, KREMNIH IZDELKOV, KEKSOV
IN KEKSOM SORODNIH IZDELKOV**

**1. METODE VZORČENJA KAKAVOVIIH ZRN, KAKAVOVIIH IZDELKOV,
ČOKOLADI PODOBNIH IZDELKOV, BONBONSKIH IZDELKOV, KREMNIH
IZDELKOV, KEKSOV IN KEKSOM SORODNIH IZDELKOV**

Vzorci izdelkov mora jemati uradna oseba.

Vzorci izdelkov se jemljejo:

- v proizvodnji - iz proizvodne partije ali njenega dela;
- v prometu - iz embalažnih enot pošiljke.

Vzorci v proizvodnji in prometu se morajo jemati tako, da je kot vzorec lahko izbrana vsaka enota.

Vzorec izdelka mora predstavljati povprečno sestavo celotne količine izdelka, od katere je vzet.

S proizvodno partijo (dobavo, pošiljko) je mišljena ustrezna količina izdelkov, izdelana po isti tehnologiji v istih pogojih.

S posamičnim vzorcem izdelka je mišljena manjša količina izdelkov, vzeta z enega mesta proizvodne partije.

Več posamičnih vzorcev pa mora biti vzetih z različnih mest ene proizvodne partije.

S skupnim vzorcem izdelkov v razsutem stanju je več združenih in skrbno pomešanih posamičnih vzorcev iz ene proizvodne partije.

S skupnim vzorcem izdelkov, ki niso v razsutem stanju (izvirno pakirani), je mišljenih več posamičnih vzorcev, vzetih iz ene proizvodne partije.

Z vzorcem za analizo izdelkov je mišljen vzorec, ki se dobi z reduciranjem skupnega vzorca in se uporablja za laboratorijsko analizo.

Vzorci izdelkov, pri katerih so bili posamezni deli proizvodne partije ali pošiljke poškodovani med prevozom ali zaradi nepravilnega ravnanja, se morajo vzeti posebej in se ne smejo mešati z vzorci nepoškodovanih izdelkov.

Število vzetih vzorcev je odvisno od vrste izdelka, njegove mase ali prostornine ter velikosti izvirnega pakiranja ter predvsem tega, ali je določeni izdelek v razsutem stanju (v velikih embalažnih enotah) ali v izvirnem pakiranju.

Pribor in embalaža za jemanje vzorcev (sonde, ročne lopatice, steklenice in drugo) morata imeti ustrezno velikost ali prostornino ter biti čista, suha in iz materiala, ki ne vpliva na spremembo kakovosti.

Pribor in embalaža za jemanje vzorcev sta navedena v seznamu 1.

Na posodah ali drugi vrsti embalaže z vzorcem mora biti oznaka z deklaracijo (obesna etiketa, nalepka), ki se pritrdi s pečatnim voskom ali plombo, da bi bila zagotovljena izvirnost vzorca in da vzorca ne bi bilo mogoče odpreti, ne da bi se poškodovala pečat in pakiranje.

Navedeni podatki morajo biti neizbrisni.

Vzeti vzorci kakavovih zrn, kakavovih izdelkov, čokoladi podobnih izdelkov, bonbonskih izdelkov, kremnih izdelkov, keksov in keksom podobnih izdelkov se morajo hraniti na suhem in hladnem mestu, ne smejo biti izpostavljeni sončni svetlobi, vlagi, velikim temperaturnim spremembam in ne smejo biti blizu blaga, katerega vonja se utegnejo navzeti.

Pri jemanju vzorcev mora uradna oseba, ki vzame vzorec za analizo, sestaviti zapisnik, v katerega vpiše podatke, pomembne za rezultate analize, kraj, pogoje za hrambo, datum in čas, ko je bil vzorec vzet, datum izdelave, vrsto in količino izdelka, od katerega je bil vzorec vzet, število posamično vzetih vzorcev in skupno količino vzetega vzorca ter oznako za identifikacijo partije.

Zapisnik iz prejšnjega odstavka podpišeta uradna oseba, ki je vzela vzorec in stranka.

Vzorec za analizo se praviloma pripravi in takoj pošlje na analizo.

Ta rok se lahko podaljša največ za 48 ur po vzetju vzorca, razen za tiste izdelke, katerih trajnost je krajša. Od vzetih vzorcev za analizo se en primerek pošlje na analizo laboratoriju, ki bo opravil analizo, drugi pa se uporablja za morebitno superanalizo.

Na zahtevo stranke se mora vzeti tudi tretji istovetni primerek, ki se mu da na razpolago.

Za jemanje vzorcev kakavovih zrn in kakavovega prahu, ki so v vrečah, se uporablja sonda, za jemanje vzorcev kakavovih zrn.

Za jemanje vzorcev izdelkov, ki so v razsutem stanju, se uporablja podaljšana sonda, navedena v seznamu 1.

Za mešanje in redukcijo vzorcev se uporabljajo ročne lopatice, navedene v seznamu 1, in "reduktor" vzorcev oziroma postopek četrtenja.

Za izdelke, ki se dobavljajo ali skladiščijo v razsutem stanju, se posamični vzorci jemljejo s sondo in sicer:

- 1) iz vagonov, ladij, tovornjakov in podobno - odvisno od količine - v vsej globini plasti (iz sredine in z vsakega kota približno 0,5 m od vsake stranice prevoznega sredstva) in iz treh plasti (z vrha, iz sredine in z dna), pri čemer se vzame najmanj pet posamičnih vzorcev za vsako tono kakavovih zrn ali kakavovega prahu;
- 2) iz vlekov in ladij - na najprimernejših mestih v istih časovnih presledkih tako, da se posamični vzorci vzamejo v približno enakih količinah in z vseh ravni;
- 3) iz skladišč - na vsaka 2 m, pri čemer se vzame enako število vzorcev iz zgornje in spodnje plasti. Če uskladiščena masa ni višja od 1 m, iz zgornje, srednje in spodnje plasti pa, če je uskladiščena masa višja od 1 m.

Za izdelke, ki so pakirani v vreče, sode, škatle, zaboje ali druge podobne velike posode, se posamični vzorci jemljejo z vrha, iz sredine in z dna v enakih količinah, odvisno od števila embalažnih enot, kar se določi po tabeli 1.

Tabela 1. Jemanje vzorcev, ki so pakirani v vreče, sode, škatle, zaboje ali druge podobne velike posode.

Velikost dobave	
- Do 5 embalažnih enot	- iz vsake embalažne enote
- Od 6 do 10 embalažnih enot	- iz vsake tretje embalažne enote
- Od 11 do 100 embalažnih enot	- najmanj iz šestih embalažnih enot
- Od 101 do 500 embalažnih enot	- najmanj iz 10 embalažnih enot
- Od 501 do 1000 embalažnih enot	- najmanj iz 15 embalažnih enot
- Od 1001 do 2000 embalažnih enot	- najmanj iz 25 embalažnih enot
- Nad 2001 embalažno enoto	- najmanj iz 50 embalažnih enot

V primeru, da so izdelki nehomogeni, se posamični vzorci vzamejo iz vsakega homogenega dela.

Vsako, posamično izvorno pakiranje izdelka, vzeto naključno iz proizvodnje ali prometa, je lahko vzorec.

Število vzetih vzorcev se določi na podlagi tabele 2.

Tabela 2. Jemanje vzorcev v izvornem pakiranju.

Izdelek	Količina, od katere se vzame vzorec	Število vzetih vzorcev
1. Za pakiranje z maso do 1 kg	- za izdelke do 100 enot - za vsakih nadaljnjih 100 enot	- od 1 do 5 vzorcev - še po 1 vzorec
2. Za pakiranje z maso nad 1 kg	- za izdelke do 200 enot - za vsakih nadaljnjih 100 enot	- od 1 do 5 vzorcev - še po 1 vzorec

Skupni vzorec za izdelke v razsutem stanju ali za nehomogene izdelke, ki je oblikovan iz več posamičnih vzorcev, je treba zmešati in reducirati do vzorca za analizo z razdeljevalcem vzorca ali po postopku četrtenja.

Za izdelke v izvornem pakiranju se vzame vzorec za analizo po metodi naključne izbire.

Potrebna količina vzorca za analizo (samo za en primerek) je v odvisnosti od vrste izdelka:

- 1) za vse vrste bonbonskih izdelkov - izvorno pakiranje ali najmanj 250 g;
- 2) za vse vrste čokoladnih izdelkov in čokoladi podobnih izdelkov - izvorno pakiranje ali najmanj 200 g;
- 3) za kakavov prah in podobne izdelke - izvorno pakiranje ali najmanj 200 g;
- 4) za kakavovo maslo - izvorno pakiranje ali najmanj 150 g;
- 5) za kekse in keksom sorodne izdelke - izvorno pakiranje ali najmanj 500 g;
- 6) za kolače in slaščice - izvorno pakiranje ali najmanj 250 g;
- 7) za kremne izdelke - izvorno pakiranje ali najmanj 200 g.

Če se preskuša kakovost izdelkov, pri katerih ni mogoče analitično ugotoviti dodatkov (čokolada z dodatki; čokoladi podobni izdelki z dodatki, žele izdelki z dodatki, penasti izdelki z dodatki, rahat-lokum z dodatki, krema z dodatki, keksi in keksom podobni izdelki z dodatki) in za katere ni mogoče uporabiti fizikalno kemijskih metod iz te priloge, se kontrolira poraba surovine v proizvodnem procesu.

Kontrola porabe surovine za izdelke iz prejšnjega odstavka se nanaša tudi na:

- 1) količino dodane rastlinske maščobe v kakavovem maslu;
- 2) količino dodatkov, količino polnila in količino preliwa.

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE KAKAVOVIH ZRN, KAKAVOVIH IZDELKOV, ČOKOLADI PODOBNIH IZDELKOV, BONBONSKIH IZDELKOV, KREMNIH IZDELKOV, KEKSOV IN KEKSOM SORODNIH IZDELKOV

2.1 Splošno

Vsi reagenti, ki se uporabljajo za fizikalno-kemijske analize morajo imeti predpisano analitično čistočo, voda pa mora biti destilirana.

2.2 Fizikalno-kemijske analize

2.2.1 Določanje vode s sušenjem pod normalnim tlakom

Princip in uporaba

Vodo določamo s sušenjem vzorca pod normalnim tlakom do konstantne mase.

Metodo uporabljamo za kakavove izdelke, čokoladi podobne izdelke, kremne izdelke, bonbonske izdelke, razen želeja, rahat-lokuma in gumijastih bonbonov, keksov in keksom sorodnih izdelkov ter kolačev.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) sušilnik;
- 2) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 3) merilne posode iz stekla, niklja ali aluminija s pokrovom, ki imajo premer 5 cm in so visoke 2 cm;
- 4) eksikator s sušivom;
- 5) kremenčev pesek, opran in izžarjen;

Opomba: Pesek uporabljamo pri določanju vode v kakavovih izdelkih, čokoladi podobnih izdelkih, kremnih izdelkih in bonbonskih izdelkih.

- 6) običajen laboratorijski pribor.

Postopek

V merilno posodo odtehtamo 20 g peska in ga skupaj s stekleno palčko sušimo 4 h v sušilniku pri temperaturi od 103 do 105 °C. Po sušenju posodo pokrijemo, 45 min hladimo v eksikatorju in stehtamo z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. Dodamo 5 g zdrobljenega vzorca in ponovno stehtamo z isto natančnostjo. S stekleno palčko vzorec dobro pomešamo s peskom in palčko pustimo v posodi. Posodo z vzorcem sušimo odkrito 4 h pri temperaturi od 103 do 105 °C.

Po sušenju posodo pokrijemo, hladimo 45 min v eksikatorju in stehtamo.

Postopek sušenja ponavljamo, dokler ni razlika med tehtanjema največ 0,1 %.

Izračunavanje

Količino vode izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli:

$$V = \frac{(a - b)}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a = masa posode z vzorcem pred sušenjem v g;

b = masa posode z vzorcem po sušenju v g;

c = masa vzorca, vzetega za analizo, v g;

V = količina vode v %.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravi, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 10 % ugotovljene srednje vrednosti - za izdelke, v katerih je do 18 % vode, in ne večja od 6 % ugotovljene srednje vrednosti - za izdelke, v katerih je več kot 18 % vode (relativna disperzija).

Če je razlika večja, moramo postopek ponoviti.

2.2.2 Določanje vode v kolačih pod normalnim tlakom**Princip**

Vodo določamo s sušenjem vzorca pod normalnim tlakom do konstantne mase.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) merilne posode iz stekla, niklja ali aluminija, ki imajo premer 6 cm in so visoke 2,5 cm;
- 2) drug pribor kot pri metodi pod točko 2.2.1.

Postopek

V merilno posodo odtehtamo 20 g peska in ga skupaj s stekleno palčko sušimo 90 min v sušilniku pri temperaturi 130 °C. Po sušenju posodo pokrijemo, 45 min hladimo v eksikatorju in stehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. Dodamo 10 g zdrobljenega vzorca in tehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. S stekleno palčko vzorec pomešamo s peskom in palčko pustimo v posodi. Posodo z vzorcem sušimo odkrito 90 min pri temperaturi 130 °C (čas merimo od trenutka, ko dosežemo temperaturo 130 °C). Po sušenju posodo pokrijemo, hladimo 45 min v eksikatorju in stehtamo. Postopek sušenja ponavljamo, dokler ni razlika med tehtanjema 0,1 %.

Izračunavanje

Količino vode izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli, ki je navedena pri metodi pod točko 2.2.1.

Natančnost metode je enaka kot pri metodi pod točko 2.2.1.

2.2.3 Določanje vode s sušenjem pod znižanim tlakom**Postopek**

Vodo določamo s sušenjem pod znižanim tlakom po istem postopku kot pri metodi pod točko 2.2.1, vendar pri temperaturi 70 °C in pod tlakom največ 98,66 kPa. Tak način sušenja uporabljamo za izdelke, ki se kemično zlahka razgradijo pri povišani temperaturi.

Izračunavanje

Količino vode izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli, ki je navedena pri metodi pod točko 2.2.1.

Natančnost metode je enaka kot pri metodi pod točko 2.2.1.

2.2.4 Določanje vode v žele izdelkih in rahat-lokumu - refraktometrijska metoda**Princip**

Določanje vode v žele izdelkih in rahat-lokumu temelji na odčitavanju odstotka suhe snovi na skali refraktometra ali na merjenju indeksa refrakcije analiziranega materiala pri temperaturi 20 °C. Iz razlike med 100 % suhe snovi in vrednostjo, odčitano na skali refraktometra ali dobljeno iz tablic na podlagi merjenega indeksa refrakcije, določimo količino vode v odstotkih.

Aparati in pribor

Uporabljamo naslednje aparate in pribor:

- 1) refraktometer s skalo za neposredno odčitavanje suhe snovi v odstotkih, graduiran na 0,5 %, z možnostjo ocene 0,25 %, ki ga moramo poprej umeriti z destilirano vodo (pri 20 °C je 0 % suhe snovi), ali refraktometer s skalo za merjenje indeksa refrakcije, graduiran na 0,001, z možnostjo ocene do 0,002, ki ga moramo poprej umeriti z destilirano vodo (pri 20 °C je indeks refrakcije destilirane vode 1,3330);
- 2) napravo za cirkulacijo vode (ultratermostat), ki vzdržuje konstantno temperaturo refrakcijskih prizem 20 °C z natančnostjo $\pm 0,5$ °C.

Priprava vzorca

Z laboratorijskega vzorca rahat-lokuma ali žele izdelka z nožem pazljivo odstranimo površinsko plast sladkorja. Tako dobimo pravilen vzorec mase rahat-lokuma ali žele izdelka za analizo.

Postopek

Majhno količino pripravljenega vzorca damo s stekleno palčko z gumenim vrhom na spodnjo refrakcijsko prizmo. Prizmi zapremo in skozi odprtino zgornje prizme preverimo, ali je vzorec enakomerno razporejen in brez zračnih mehurčkov. Po potrebi lahko vzorec povečamo, vendar ne sme segati čez robove prizme.

Po izenačitvi temperature vzorca s temperaturo prizem (1 do 2 min) odčitamo v odvisnosti od vrste refraktometra odstotek suhe snovi ali indeks refrakcije.

Korekcije

Če smo vodo določali pri temperaturi, ki je višja ali nižja od 20 °C, je potrebna naslednja korekcija:

- za refraktometer s skalo za odčitavanje odstotka suhe snovi - po tabeli 3;
- za refraktometer s skalo za odčitavanje indeksa refrakcije - po naslednji formuli:

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,00013 (t - 20)$$

kjer je:

t - temperatura merjenja v °C

Izračunavanje

- Za refraktometer s skalo, na kateri odčitavamo odstotek suhe snovi, izračunamo odstotek vode po formuli:

$$V = 100 - Ss$$

kjer je:

V – odstotek vode v %;

Ss – suha snov v % (m/m).

- Za refraktometer s skalo, na kateri odčitavamo indeks refrakcije, izračunamo odstotek vode na naslednji način:

- iz tabele 4 odčitamo odstotek suhe snovi, ki ustreza odčitani vrednosti indeksa refrakcije in smo ga korigirali po zgoraj navedeni formuli, če je bilo to potrebno. Odstotek vode izračunamo kot pod a).

Tabela 3. Korekcija za refraktometer z delovno temperaturo 20 °C

- Vrednost korekcije, ki se odšteje

Temperatura		Količina suhe snovi v % (m/m)								
°C	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70
15	0,29	0,31	0,35	0,34	0,34	0,35	0,37	0,38	0,39	0,40
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,30	0,31	0,32
17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24
18	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08

b) Vrednost korekcije, ki se prišteje

Temperatura		Količina suhe snovi v % (m/m)								
°C	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70
21	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
23	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24
24	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32
25	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40

Tabela 4. Razmerje med vrednostjo indeksa refrakcije in odstotkom suhe snovi

Indeks refrakcije n_D^{20}	Suha snov v % (m/m)	Indeks refrakcije n_D^{20}	Suha snov v % (m/m)	Indeks refrakcije n_D^{20}	Suha snov v % (m/m)	Indeks refrakcije n_D^{20}	Suha snov v % (m/m)
1,3330	0	1,3672	22	1,4076	44	1,4588	66
1,3344	1	1,3689	33	1,4096	45	1,4582	67
1,3359	2	1,3706	24	1,4117	46	1,4606	68
1,3373	3	1,3723	25	1,4137	47	1,4630	69
1,3388	4	1,3740	26	1,4158	48	1,4654	70
1,3403	5	1,3758	27	1,4179	49	1,4679	71
1,3418	6	1,3775	28	1,4200	50	1,4703	72
1,3433	7	1,3793	29	1,4221	51	1,4728	73
1,3448	8	1,3811	30	1,4243	52	1,4753	74
1,3463	9	1,3828	31	1,4264	53	1,4778	75
1,3478	10	1,3847	32	1,4286	54	1,4803	76
1,3494	11	1,3865	33	1,4308	55	1,4829	77
1,3509	12	1,3883	34	1,4330	56	1,4854	78
1,3525	13	1,3902	35	1,4352	57	1,4880	79
1,3541	14	1,3920	36	1,4374	58	1,4906	80
1,3557	15	1,3939	37	1,4396	59	1,4932	81
1,3573	16	1,3958	38	1,4419	60	1,4958	82
1,3589	17	1,3977	39	1,4442	61	1,4989	83
1,3605	18	1,3997	40	1,4464	62	1,5010	84
1,3622	19	1,4016	41	1,4487	63	1,5037	85
1,3638	20	1,4036	42	1,4511	64		
1,3655	21	1,4056	43	1,4534	65		

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 6 % ugotovljene vrednosti (relativna disperzija). Če je razlika večja, moramo postopek ponoviti.

2.2.5 Določanje pepela

Definicija

Pepel je neorganski ostanek po sežigu vzorca.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) sežigalno posodo (platinsko, kremenčevo ali porcelansko) s prostornino od 25 do 50 ml;
- 2) muflovko za sežiganje s termoregulatorjem;
- 3) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 4) eksikator s sušivom;
- 5) vodno kopel;
- 6) filtrirni papir brez pepela s premerom 9 cm (Schleicher und Schüll N° 589 ali ustrezen);
- 7) sušilnik;
- 8) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednji reagent:

- 1) 96 %-ni etanol (V/V).

A) Določanje celotnega pepela

Postopek

V posodo, ki smo jo poprej žarili in stehali skupaj z urnim steklom, odtehtamo 5 g fino zdrobljenega vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. Vzorec nato pazljivo sežigamo v muflovki ob postopnem povečevanju temperature na 550 do 600 °C in slabem kroženju zraka.

Sežiganje je končano, ko neorganski ostanek postane popolnoma bel prah (pepel), kar traja 3 h. Če niti potem pepel ni bel, ga ohladimo in ovlažimo z nekaj kapljicami 69 %-nega etanola, ki ga izparimo na vodni kopeli, pepel pa ponovno sežigamo 30 min pri temperaturi od 550 do 600 °C.

Posodo nato pokrijemo z urnim steklom, hladimo 30 min v eksikatorju in stehamo.

Rezultat prikažemo z dvema decimalkama.

Izračunavanje

1) Količino celotnega pepela izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli:

$$\text{celotni pepel (\%)} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa celotnega pepela (razlika med maso posode z ostankom po sežiganju in maso prazne posode) v g;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g.

2) Količino celotnega pepela brez vode, maščobe in sladkorja izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli:

$$\text{celotni pepel (\%)} = \frac{a \cdot 100}{c \cdot [100 - (v + m + s)]} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa celotnega pepela (razlika med maso posode z ostankom po sežiganju in maso prazne posode) v g;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g;

v - količina vode v analiziranem vzorcu v %;

m - količina maščobe v analiziranem vzorcu v %;

s - količina sladkorja v analiziranem vzorcu v %.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh zaporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opraviš, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

B) Določanje v vodi topnega pepela

Postopek

Dobljeni celotni pepel pomešamo z 10 ml vroče destilirane vode in dobljeno suspenzijo filtriramo skozi filtrirni papir brez pepela (s premerom 9 cm) v sežigalno posodo, ki smo jo poprej žarili in stehali skupaj z urnim steklom. Filtrirni papir z netopnim ostankom trikrat do štirikrat izperemo s po 10 ml vroče destilirane vode, tako da dobimo 50 ml filtrata. Ostanek na filtrirnem papirju uporabljamo za določanje alkalnosti v vodi netopnega pepela ali za določanje v klorovodikovi kislini netopnega pepela. Filtrat nato uparimo na vodni kopeli do suhega ostanka, sušimo najmanj 30 min pri temperaturi od 103 do 105 °C in sežigamo 30 min v muflovki pri temperaturi od 550 do 600 °C. Po sežiganju posodo pokrijemo z urnim steklom in hladimo 30 min v eksikatorju, nato pa stehamo.

Rezultat prikažemo z dvema decimalama.

Izračunavanje

1) Količino v vodi topnega pepela izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli:

$$\text{celotni pepel (\%)} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa v vodi topnega pepela (razlika med maso posode z ostankom po sežiganju in maso prazne posode) v g;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g.

2) Količino v vodi topnega pepela izražamo v odstotkih (brez vode, maščobe in sladkorja) in izračunamo po formuli:

$$\text{celotni pepel (\%)} = \frac{a \cdot 100}{c \cdot [100 - (v + m + s)]} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa v vodi topnega pepela (razlika med maso posode z ostankom po sežiganju in maso prazne posode) v g;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g;

v - količina vode v analiziranem vzorcu v %;

m - količina maščobe v analiziranem vzorcu v %;

s - količina sladkorja v analiziranem vzorcu v %.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 6 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 6 %, moramo postopek ponoviti.

C) Določanje v vodi netopnega pepela

V vodi netopni pepel dobimo iz razlike med celotnim pepelom in v vodi topnim pepelom.

D) Določanje v klorovodikovi kislini netopnega pepela

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagentna:

- 1) raztopino klorovodikove kisline, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$;
- 2) raztopino srebrovega nitrata, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Postopek

Celotni pepel ali v vodi netopni pepel pomešamo s 25 ml raztopine klorovodikove kisline in 15 min segrevamo na vodni kopeli. Dobljeno suspenzijo filtriramo skozi filtrirni papir brez pepela. Posodo in filtrirni papir izpiramo z vročo destilirano vodo, dokler ni reakcija na kloride z raztopino srebrovega nitrata negativna.

Ostanek s filtrirnim papirjem, sušimo 30 min v sežigalni posodi (ki smo jo pred tem žarili in stehali z urnim steklom) pri temperaturi od 103 do 105 °C, nato pa 30 min sežigamo pri temperaturi od 550 do 600 °C.

Po sežiganju posodo pokrijemo z urnim steklom, hladimo 30 min v eksikatorju in stehamo na analitski tehtnici z natančnostjo $\pm 0,1 \text{ mg}$.

Rezultat prikažemo z dvema decimalama.

Izračunavanje

Količino v klorovodikovi kislini netopnega pepela izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli:

$$\text{v klorovodikovi kislini netopni pepel (\%)} = \frac{a \cdot 100}{c \cdot [100 - (m + v + s)]} \cdot 100$$

kjer je:

- a - masa v klorovodikovi kislini netopnega pepela (razlika med maso posode z ostankom po sežiganju in maso prazne posode) v g;
- c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g;
- v - količina vode v analiziranem vzorcu v %;
- m - količina maščobe v analiziranem vzorcu v %;
- s - količina sladkorja v analiziranem vzorcu v %.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravi, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 6 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 6 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.6 Določanje alkalnosti pepela

A) Določanje alkalnosti celotnega pepela

Definicija

Alkalnost celotnega pepela je prostornina (v ml) natrijevega hidroksida, c (NaOH) s 1 mol/l, ekvivalentna masi alkalnih snovi v pepelu, dobljenem iz 100 g suhe snovi vzorca brez maščobe in sladkorja.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) erlenmajerico s prostornino 300 ml;
- 2) merilni pipeti s prostornino 10 ml in 20 ml;
- 3) bireto s prostornino 50 ml;
- 4) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 5) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino klorovodikove kisline, c (HCl) = 0,5 mol/l ali raztopino žveplove kisline, c ($\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$) = 0,5 mol/l;
- 2) raztopino natrijevega hidroksida, c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 3) raztopino indikatorja bromkrezol zeleno;

Odtehamo 0,75 g indikatorja v prahu in ga raztopimo s 100 ml 96 %-nega (V/V) etanola;

- 4) puferno raztopino s pH vrednostjo 4,5 pri temperaturi 20 °C.

Raztopina natrijevega citrata za pripravo pufru: v merilno bučko s prostornino 1000 ml odtehamo 21,008 g monohidrata citronske kisline ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) in ga raztopimo z 200 ml raztopine natrijevega hidroksida ter do oznake dopolnimo z destilirano vodo.

V 719 ml raztopine natrijevega citrata dodamo 281 ml klorovodikove kisline v merilni bučki s prostornino 1000 ml.

Raztopino pufru konzerviramo z 10 mg živosrebrovega jodida (HgJ_2).

Postopek

Celotni pepel, ki smo ga dobili po metodi določanja celotnega pepela pod točko 2.2.5 (A), kvantitativno prenesemo z vročo destilirano vodo v erlenmajerico s prostornino 300 ml. Celotna prostornina suspenzije pepela mora biti od 25 do 30 ml. Suspenziji dodamo natančno 20 ml raztopine klorovodikove kisline ali 20 ml raztopine žveplove kisline. Bučko nato 15 min segrevamo na vreli vodni kopeli (večkrat premešamo). Vročo suspenzijo filtriramo skozi naguban filtrirni papir, ki ga nato izpiramo z vročo destilirano vodo, dokler ni reakcija z indikatorskim papirjem nevtralna.

Filtrat ohladimo in mu dodamo dve kapljici raztopine bromkrezol zelenega ter titiramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane zelene barve.

Z enako prostornino destilirane vode naredimo hkrati slepi poskus, dodamo 20 ml klorovodikove kisline ali raztopine žveplove kisline, nato dve kapljici raztopine indikatorja bromkrezol zelenega in titiramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane zelene barve.

Pri teh titracijah moramo obvezno narediti poskus z 20 ml raztopine pufru s pH vrednostjo 4,5 in dvema kapljicama raztopine bromkrezol zelenega, da bi primerjali prehod barve.

Izračunavanje

Alkalnost celotnega pepela izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{alkalnost celotnega pepela} = \frac{1000 \cdot (b - a) \cdot F}{c \cdot [100 - (v + m + s)]}$$

kjer je:

a - porabljena prostornina raztopine natrijevega hidroksida v ml;

b - porabljena prostornina raztopine natrijevega hidroksida za slepi poskus v ml;

c - masa vzorca, vzetega za analizo v g;

v - količina vode v analiziranem vzorcu v %;

m - količina maščobe v analiziranem vzorcu v %;

s - količina sladkorja v analiziranem vzorcu v %;

F - faktor korekcije koncentracije.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 6 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 6 %, moramo postopek ponoviti.

*B) Določanje alkalnosti v vodi topnega pepela***Definicija**

Alkalnost v vodi topnega pepela je prostornina natrijevega hidroksida v ml, ekvivalentna masi v vroči destilirani vodi topnih alkalnih snovi, ki jih vsebuje pepel, dobljen iz 100 g suhe snovi vzorca brez maščobe in sladkorja.

Pribor in reagenti

Uporabljamo enak pribor in enake reagente kot pri metodi določanja alkalnosti celotnega pepela.

Postopek

Filtratu, ki smo ga dobili po metodi določanja v vodi topnega pepela (točka 2.2.5 (B)), dodamo natančno 10 ml raztopine klorovodikove kisline ali 10 ml raztopine žveplove kisline. Bučko 10 min segrevamo na vreli vodni kopeli, ohladimo, dodamo dve kapljici raztopine indikatorja bromkrezol zelenega in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane zelene barve.

Z enako prostornino destilirane vode naredimo hkrati slepi poskus, dodamo 10 ml raztopine klorovodikove kisline ali 10 ml raztopine žveplove kisline, nato pa dve kapljici raztopine indikatorja bromkrezol zelenega in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane zelene barve.

Obvezno moramo pripraviti poskus z 10 ml raztopine pufru s pH vrednostjo 4,5 in dvema kapljicama raztopine indikatorja bromkrezol zelenega, da bi primerjali prehod barve.

Izračunavanje

Postopek izračunavanja je enak kot pri metodi določanja alkalnosti celotnega pepela (točka 2.2.6 (A)).

Če želimo alkalnost izraziti kot odstotek brezvodnega kalijevega karbonata (npr. alkalnost kakavovega prahu) jo izračunamo po formuli:

$$\text{alkalnost (\% brezvodnega K}_2\text{CO}_3) = \frac{10 \cdot (b - a) \cdot F \cdot 0,691}{c \cdot 100 - (v + m + s)}$$

kjer je:

a - porabljena prostornina raztopine natrijevega hidroksida za glavni poskus v ml;

b - porabljena prostornina raztopine natrijevega hidroksida za slepi poskus v ml;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g;

v - količina vode v analiziranem vzorcu v %;

m - količina maščobe v analiziranem vzorcu v %;

s - količina sladkorja v analiziranem vzorcu v %;

F - faktor korekcije koncentracije.

1 ml raztopine klorovodikove kisline $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ ustreza $\frac{\text{Na}_2\text{CO}_3}{6,91 \text{ mg}}$.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 6 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 6 %, moramo postopek ponoviti.

*C) Določanje alkalnosti v vodi netopnega pepela***Definicija**

Alkalnost v vodi netopnega pepela je prostornina raztopine natrijevega hidroksida v ml, ekvivalentna masi v vroči destilirani vodi netopnih alkalnih snovi, ki jih vsebuje pepel, dobljen iz 100 g suhe snovi vzorca brez maščobe in sladkorja.

Pribor in reagenti

Uporabljamo enak pribor in enake reagente kot pri metodi določanja alkalnosti celotnega pepela (točka 2.2.6 (A)).

Postopek

V vodi netopni pepel, ki smo ga dobili po metodi določanja alkalnosti v vodi netopnega pepela, prenesemo skupaj s filtrirnim papirjem v erlenmajerico s prostornino 300 ml, dodamo 20 ml vroče destilirane vode in natančno 10 ml raztopine klorovodikove kisline ali 10 ml raztopine žveplove kisline.

Bučko 15 min segrevamo na vreli vodni kopeli in raztopino večkrat premešamo. Vročo raztopino filtriramo skozi nabrani filtrirni papir v erlenmajerico s prostornino 300 ml, ostanek na filtrirnem papirju pa izpiramo z vročo destilirano vodo, dokler ni reakcija z indikatorskim papirjem nevtralna.

Filtrat ohladimo, dodamo dve kapljici raztopine indikatorja bromkrezol zelenega in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane zelene barve.

Slepi poskus in glavni poskus naredimo kot pri metodi določanja alkalnosti v vodi topnega pepela.

Izračunavanje

Izračunavanje je enako kot pri metodi določanja alkalnosti celotnega pepela (točka 2.2.6 (A)).

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 6 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 6 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.7 Določanje surovih beljakovin po Kjeldahlu - makro - mikro postopek**Princip**

S segrevanjem z žveplovo kislino ob navzočnosti katalizatorja preidejo dušikove spojine (razen nitratov in nitritov) v amonijev sulfat. Z dodatkom natrijeve baze se sprosti amoniak, ki se z vodno paro destilira v določeno količino kisline znane koncentracije. Pribitek kisline določimo z retitracijo.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) Kjeldahlovo bučko s prostornino 500 ml;
- 2) aparat za mikro destilacijo po Parnas-Wagnerju;
- 3) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 4) električni grelnik za razklop po Kjeldahlu;
- 5) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) žveplovo kislino, koncentrirano (gostota = 1,84 g/ml);
- 2) zmes soli: 95 g natrijevega sulfata in 5 g bakrovega sulfata;
- 3) raztopino natrijevega hidroksida, 30 %-no (m/m);
- 4) raztopino klorovodikove kisline, $c(\text{HCl}) = 0,01$ mol/l;
- 5) raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,01$ mol/l;
- 6) indikator po Tashiru: 40 ml 0,1 %-ne (m/V) raztopine metilenskega rdečila v etanolu in 10 ml 0,1 %-ne (m/V) raztopine metilenskega modrila v etanolu.

Postopek

Odtehtamo približno 2 g homogeniziranega vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg in ga z gladkim svetlikavim papirjem, aluminijsko folijo ali majhno stekleno posodo kvantitativno prenesemo v Kjeldahlovo bučko tako, da ostane njen vrat čist.

Dodamo 25 ml koncentrirane žveplove kisline, 10 g zmesi soli in 2 stekleni kroglici. Vsebino bučke pazljivo stresemo, da ovlažimo vso maso in razbijemo morebitne kepice.

Vrat bučke pokrijemo z majhnim lijem ali stekleno hruško ter bučko postopno segrevamo v nagnjenem položaju (v digestoriju). Ko se reakcija v bučki konča, jo močneje segrevamo in medtem večkrat obrnemo. Sežiganje je končano, ko nastane bistra zeleno modra raztopina brez črnih delcev.

Ko se vsebina v bučki ohladi, jo pazljivo razredčimo z destilirano vodo, prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml in do oznake dopolnimo z vodo.

V aparat za destilacijo po Parnas-Wagnerju vlijemo skozi lij natančno 10 ml dobljene raztopine. Lij trikrat izperemo s po 2 do 3 ml destilirane vode, dodamo kapljico raztopine fenolftaleina, 10 ml 30 %-ne (m/m) raztopine natrijevega hidroksida in vključimo cev za dovod vodne pare. Pod hladilnik hkrati postavimo erlenmajerico s prostornino 100 ml, v katero smo dodali 20 ml raztopine klorovodikove kisline in 0,5 ml indikatorja po Tashiru. Vrh hladilnika mora biti potopljen v kislino.

V prvih 4 do 5 min destiliramo s potopljeno cevjo, nato pa predložek spustimo in destiliramo še 2 do 3 min.

Cev in vrh hladilnika izperemo z malo destilirane vode v isto bučko, vzamemo bučko s podstavka in takoj titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler se barva iz vijoličaste ne spremeni v zeleno.

Enako naredimo hkrati slepi poskus z 10 ml destilirane vode.

Izračunavanje

En mililiter raztopine klorovodikove kisline ustreza 0,14 mg dušika.

$$\text{dušik (\%)} = \frac{(a - b) \cdot 0,14 \cdot 100 \cdot F}{c \cdot 1000} = \frac{(a - b) \cdot 0,014 \cdot F}{c}$$

kjer je:

a - prostornina natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,01 mol/l, porabljena za titracijo slepega poskusa, v ml;

b - prostornina natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,01 mol/l, porabljena za titracijo glavnega poskusa, v ml;

c - masa vzorca v alikvotnem delu raztopine, vzetem za končni postopek, v g;

F - faktor korekcije koncentracije:

$$\text{beljakovine (\%)} = \text{dušik (\%)} \cdot 6,25$$

kjer je:

6,25 - faktor za preračunavanje dušika v beljakovine.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.8 Določanje surove celuloze po Hürschner - Hanacku**Princip**

Vzorec razklopimo z mešanico dušikove in očetne kisline, in sicer tako, da ga kuhamo ob povratnem hladilniku. Raztopino nato filtriramo skozi stekleni filter, sušimo v sušilniku in stehtamo.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 2) erlenmajerico NB-29, s prostornino 100 ml;
- 3) povratni hladilnik, dolg 40 cm;
- 4) filtrirni lonček 1-G-3 ali 1-G-4;
- 5) sesalno bučo s prostornino 500 ml;
- 6) menzuro, s prostornino 50 ml in 100 ml;
- 7) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 80 % (V/V) raztopino očetne kisline: v merilno bučko s prostornino 100 ml odmerimo 80 ml glacialne očetne kisline in 20 ml destilirane vode;
- 2) dušikovo kislino, koncentrirano;
- 3) mešanico 80 %-ne (V/V) očetne kisline in koncentrirane dušikove kisline (10 : 1);
- 4) 96 %-ni (V/V) etanol;
- 5) eter čistoče p. a.;
- 6) amilalkohol čistoče p. a.

Postopek

Odtehtamo 1 do 2 g zdrobljenega vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg in ga damo v erlenmajerico NB-29, dodamo 45 ml 80 %-ne (V/V) očetne kisline in 4,5 ml koncentrirane dušikove kisline ter pol ure kuhamo ob povratnem hladilniku. Da pri dodajanju kisline ne bi nastala pena, dodamo nekaj kapljic amilalkohola.

Med kuhanjem moramo vsebino bučke večkrat premešati, da se delci vzorca ne bi prijemali na stene bučke.

Po kuhanju filtriramo vročo raztopino skozi posušeni in stehtani filtrirni lonček, pri tem pa uporabljamo vakuumsko sesalko. Usedlino najprej izperemo z 10 ml vroče mešanice očetne in dušikove kisline, nato z vročo destilirano vodo in na koncu z etanolom in etrom. Sušimo 30 min v sušilniku pri temperaturi $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, hladimo v eksikatorju in hitro stehtamo.

Izračunavanje

Količino surove celuloze izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli:

$$\text{surova celuloza (\%)} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa surove celuloze v g;

c - masa vzorca, vzetega za analizo v g.

Rezultat prikažemo z dvema decimalkama.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 6 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 6 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.9 Določanje celotne maščobe po Soxhletu**Princip**

Po hidrolizi vzorca s klorovodikovo kislino maščobo večkrat ekstrahiramo z organskim topilom v Soxhletovem eksikatorju.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) erlenmajerico s prostornino od 300 do 500 ml s širokim vratom;
- 2) urno steklo;
- 3) stekleni lij s premerom 10 cm;
- 4) okroglo bučko z ravnim dnom in dolgim vratom s prostornino 2 l;
- 5) ekstrakcijski tulec;
- 6) Soxhletov ekstraktor;
- 7) čašo s prostornino 100 ml;
- 8) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 9) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) klorovodikovo kislino, 25 %-no (m/m) raztopino (z gostoto 1,12 g/ml): dva prostorninska dela 36 %-ne klorovodikove kisline z gostoto 1,18 g/ml in en prostorninski del destilirane vode;
- 2) petroleter, sušen in sveže destiliran, z vreliščem, nižjim od 60 °C;
- 3) raztopino srebrovega nitrata.

Postopek

Vzorci, kot so kakavova zrna, kakavove pogače ipd., moramo pred tehtanjem zdrobiti, tako da so njihovi delci veliki največ 150 µm (mikrometrov).

Pripravljene vzorce tehtamo z natančnostjo $\pm 0,1$ mg in damo v erlenmajerico s širokim vratom ter prostornino od 300 do 500 ml, in sicer:

- a) 3 do 4 g - kakavova masa, zdrobljena kakavova zrna;
- b) 4 do 5 g - kakavov prah, kakavova pogača, čokolada, sladkorni preliv;
- c) 5 do 15 g - keksi in sorodni izdelki;
- d) 9 do 10 g - mlečna čokolada, kakavovi kremni izdelki (mlečni), instant kakav, prah z dodatkom mleka v prahu ali brez njega;
- e) 10 g - kolači;
- f) 15 g - medenjaki;
- g) 30 g - karamele.

Odtehtanemu vzorcu dodamo 45 ml vrele destilirane vode, močno stresamo, dokler ne postane zmes homogena, ter dodamo 55 ml 25 %-ne (m/m) klorovodikove kisline. Za določanje celotne maščobe v karamelah in keksih, v katerih določamo mlečno maščobo, moramo odtehtati 30 g karamel ali 15 g keksov. Odtehtani količini dodamo 90 ml vrele destilirane vode, močno stresamo, da postane zmes homogena, in dodamo 110 ml 25 %-ne klorovodikove kisline.

Bučko z vzorcem pokrijemo z urnim steklom, segrevamo in ko zavre, pustimo, da počasi vre 15 min.

Urno steklo kvantitativno izperemo z destilirano vodo v isto bučko (približno 100 ml).

Vročo suspenzijo filtriramo skozi vlažen brezmasni filtrirni papir. Bučko in ostanek na filtrirnem papirju izpiramo z vročo destilirano vodo do negativne reakcije na ione klora z raztopino srebrovega nitrata. Filtrirni papir z ostankom damo v razmaščeni ekstrakcijski tulec in najmanj 6 h sušimo v sušilniku pri temperaturi od 103 do 105 °C v čaši s prostornino 100 ml.

Posušeni tulec z vzorcem postavimo v Soxhletov ekstraktor, ki ga povežemo z ekstrakcijsko bučko, ki smo jo poprej posušili in stehali z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. V eksikator vlijemo približno 150 ml petroletra, s katerim smo poprej izprali posodo, v kateri smo sušili tulec. Bučko z ekstraktorjem postavimo na grelo in ekstraktor povežemo z hladilnikom.

Da bi se ekstraktor normalno praznil, damo pod tulec plast steklenih kroglic. Ekstrakcija traja 4 h oziroma ekstraktor se mora izprazniti najmanj 30-krat. Nato petroleter predestiliramo, bučko pa vodoravno položeno 1 h sušimo v sušilniku pri temperaturi od 103 do 105 °C ali v vakuumskem sušilniku pri temperaturi 70 °C.

Bučko 30 min hladimo v eksikatorju in stehamo na analitski tehtnici z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. Postopek sušenja in tehtanja ponavljamo, dokler ni razlika med dvema tehtanjema manjša od 0,5 %.

Izračunavanje

Količino celotne maščobe izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formuli:

$$\text{celotna maščoba (\%)} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a - masa ekstrahirane maščobe v g;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g.

Opomba: Za določanje mlečne maščobe moramo celotno maščobo izraziti na suho snov v odstotkih.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.10 Določanje mlečne maščobe**Uporaba**

Metodo uporabljamo za vse izdelke, ki vsebujejo mlečno maščobo.

Mlečno maščobo določamo na podlagi:

- a) polmikroštevila maslene kisline (MŠ);
- b) polmikroštevila celotnih nižjih maščobnih kislin (CŠ);
- c) polmikroštevila ostanka (ŠO);
- d) izračunavanja mlečne maščobe z MŠ, CŠ in ŠO.

*a) Določanje polmikroštevila maslene kisline (MŠ)***Definicija**

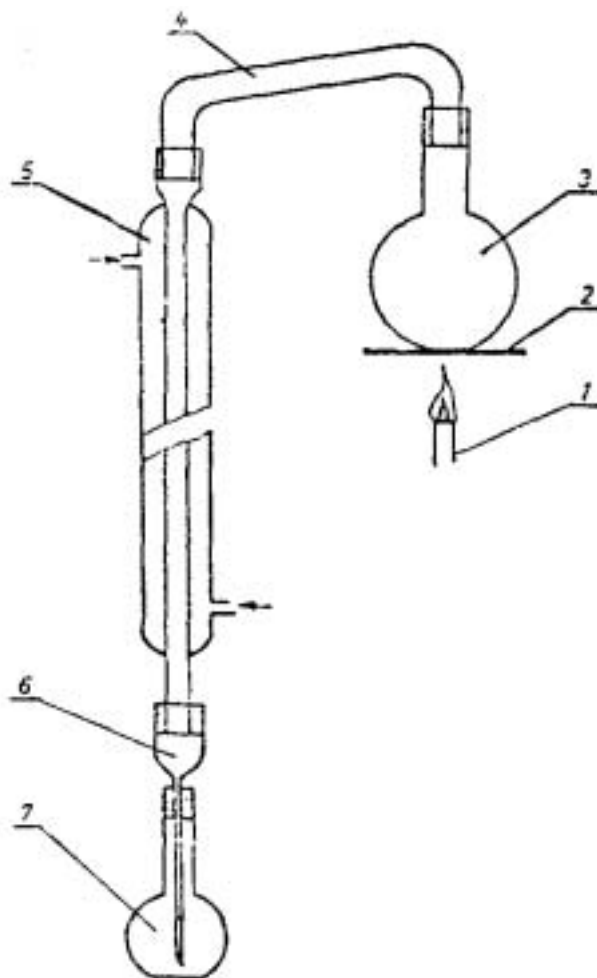
S številom maslene kisline (MŠ) je mišljena prostornina raztopine natrijevega hidroksida v ml, potrebna za nevtralizacijo hlapnih maščobnih kislin, ki so topne v žveplovni kislini, nasičeni s kalijevim sulfatom in kaprilno kislino, v 5 g maščobe.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) okroglo bučko z ravnim dnom NB-29 s prostornino 50 ml in 100 ml;
- 2) pipeto s široko odprtino s prostornino 1 ml;
- 3) oljno kopel s termoregulatorjem in možnostjo vzdrževanja konstantne temperature 175 °C;
- 4) vodno kopel;
- 5) filtrirni lij s premerom 5 cm;
- 6) povratni hladilnik;
- 7) menzuri po Beckelu s prostornino 12,5 ml in 11 ml;

- 8) bireto s prostornino 10 ml;
- 9) destilacijsko napravo po sliki 1;
- 10) sušilnik;
- 11) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 12) običajen laboratorijski pribor.



Slika 1: Aparat za mikrodestilacijo

Legenda:

- 1 - gorilnik
- 2 - obroč z mrežico
- 3 - bučka s prostornino 500 ml z NB-29
- 4 - podaljšek za destilacijo z 2 NB-29 (most KU-244)
- 5 - hladilnik po Liebigu
- 6 - podaljšek za hladilnik po Liebigu z 1 NB-29 (pipa) KU-280
- 7 - merilna bučka s prostornino 100 ml

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) alkoholno raztopino kalijevega hidroksida: 40 ml 49 %-nega (m/m) kalijevega hidroksida (KOH) (z gostoto 1,50 g/ml) pomešamo s 40 ml destilirane vode in dopolnimo do oznake v merilni bučki s prostornino 1000 ml s 96 %-nim (V/V) etanolom. Za 5 ml tako pripravljenega reagenta potrebujemo 25 do 27 ml klorovodikove kisline, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, ob fenolftaleinu kot indikatorju. Če ima alkoholna raztopina kalijevega hidroksida slabšo koncentracijo, moramo dodati ustrezno količino kalijevega hidroksida (z gostoto 1,50 g/ml);
- 2) 88 %-ni (m/m) glicerol (z gostoto 1,23 g/ml);
- 3) 10 %-no (m/m) nasičeno vodno raztopino kalijevega sulfata pri temperaturi 20 °C (z gostoto 1,08 g/ml);
- 4) 1 %-no (m/V) alkoholno raztopino fenolftaleina: odtehtamo 1 g fenolftaleina v merilno bučko s prostornino 100 ml in do oznake dopolnimo s 96 %-nim (V/V) etanolom;
- 5) raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, sveže pripravljeno;
- 6) 25 %-no (V/V) žveplovo kislino: pripravimo jo tako, da vzamemo tri prostorninske dele destilirane vode in en prostorninski del koncentrirane žveplove kisline (z gostoto 1,84 g/ml);
- 7) raztopino kokosovega mila: umilimo 50 g čiste rafinirane kokosove maščobe (nehidirane in s tališčem od 24 do 26 °C) s 50 g glicerola, 15 g kalijevega hidroksida (KOH) in 20 ml destilirane vode v bučki s prostornino 1000 ml ob povratnem hladilniku na odprtem ognju, ohladimo na temperaturo, nižjo od 100 °C, in pazljivo razredčimo z destilirano vodo na 500 ml.

Postopek

Polmikroštevilo maslene kisline (MŠ) določimo tako, da iz vzorca najprej ekstrahiramo celotno maščobo po metodi določanja celotne maščobe po Soxhletu iz tega pravilnika.

Postopek nato obsega:

- 1) umiljenje;
- 2) razmiljenje;
- 3) destilacijo;
- 4) titracijo.

Umiljenje

V okroglo bučko z ravnim dnom NB-29 s prostornino 50 ml odtehtamo 500 do 520 mg vzorca maščobe z natančnostjo $\pm 0,1 \text{ mg}$. Priporočljivo je, da vzorec maščobe poprej raztopimo in potrebno količino dodamo s pipeto (približno 20 kapljic), nato pa stehtamo. Stehtanemu vzorcu dodamo 5 ml alkoholne raztopine kalijevega hidroksida in nekaj kroglic zaradi enakomernega vrenja (običajno tri). Bučko povežemo s povratnim hladilnikom in umiljamo na vreli vodni kopeli. Ko se raztopina zbistri, jo pustimo vreti najmanj 3 do 5 min. S pipeto s širokim vratom dodamo 1 ml glicerina in kuhamo naprej na vodni kopeli brez hladilnika, dokler alkohol ne izhlapi, kar ugotovimo po močnejšem penjenju raztopine. Da bi odstranili preostalo količino alkohola, postavimo bučko v sušilnik v vodoravnem položaju in jo 1 h sušimo pri temperaturi 100 °C.

Razmiljenje

Ko vzamemo bučko iz sušilnika, dodamo s pipeto 15 ml nasičene raztopine kalijevega sulfata, jo zamašimo in močno stresamo, dokler se mila ne razporedijo enakomerno.

Nekatere maščobe tvorijo mila, ki se težko topijo v raztopini kalijevega sulfata. V tem primeru je priporočljivo, da bučko še nekaj časa segrevamo v sušilniku, jo ohladimo na sobno temperaturo in za 10 min postavimo v vodno kopel, segreto na 20 °C.

Ko se mila enakomerno razporedijo, dodamo 0,5 ml žveplove kisline, 1 ml raztopine kokosovega mila in za nožev konico infuzorijske zemlje. Bučko za 5 min ponovno postavimo v vodno kopel, segreto na 20 °C, močno stresemo in suspenzijo filtriramo skozi suh naguban filtrirni papir (s premerom 10 cm) v menzuro po Beckelu do oznake 12,5 ml. Po potrebi stiskamo ostanek na filtrirnem papirju, da bi dobili zadostno količino filtrata.

Destilacija

Dobljeni filtrat prenesemo v okroglo bučko z ravnim dnom NB-29 s prostornino 100 ml, menzuro po Beckelu pa v isto bučko izperemo s 5 ml poprej prekuhane destilirane vode ter dodamo nekaj kroglic zaradi enakomernega vrenja. Bučko povežemo z destilacijskim aparatom in 11 ml filtrata predestiliramo v menzuro po Beckelu s prostornino 11 ml.

Kot toplotni vir uporabljamo oljno kopel s termoregulatorjem (možnost vzdrževanja konstantne temperature 175 °C). Gladina olja v kopeli, mora biti 1 cm nad gladino tekočine v bučki.

Titracija

Destilat iz menzure po Beckelu prenesemo v erlenmajerico s prostornino 50 ml in širokim vratom, dodamo eno do dve kapljici raztopine fenolftaleina in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, dokler ne postane jasno rdeče barve. Menzuro po Beckelu trikrat izperemo s titriranim destilatom; če se destilat razbarva, ga ponovno pazljivo titriramo, dokler ne postane blede rožnate barve, ki mora biti obstojna 30 s.

Opomba: Obvezno moramo narediti slepi poskus s 500 mg kakavovega masla na enak način kot pri vzorcu.

Izračunavanje

Polmikroštevilo maslene kisline (MŠ) izračunamo po formuli a):

$$\text{a)} \quad \text{MŠ} = \frac{(a - b) \cdot F \cdot 1,4 \cdot 500}{c}$$

kjer je:

MŠ - polmikroštevilo maslene kisline;

a - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za glavni poskus, v ml;

b - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za slepi poskus, v ml;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v mg;

F - faktor korekcije koncentracije;

ali po formuli b):

$$b) \quad M\check{S} = (a - b) \cdot f \cdot F$$

kjer je:

$M\check{S}$ - polmikroštevilo maslene kisline;

a - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za glavni poskus, v ml;

b - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za slepi poskus, v ml;

f - faktor za preračunavanje števila maslene kisline iz tabele 5;

F - faktor korekcije koncentracije.

Tabela 5. Faktor za preračunavanje števila maslene kisline

Odtehtana masa maščobe v mg	Faktor f	Odtehtana masa maščobe v mg	Faktor f
500 do 501	1,40	522 do 525	1,34
502 do 505	1,39	526 do 529	1,33
506 do 509	1,38	530 do 533	1,32
510 do 513	1,37	534 do 537	1,31
514 do 517	1,36	538 do 541	1,30
518 do 521	1,35	542 do 545	1,29

b) Določanje polmikroštevila celotnih nižjih maščobnih kislin (CŠ)

Definicija

S celotnim številom nižjih maščobnih kislin (CŠ) je mišljena prostornina raztopine natrijevega hidroksida v ml, potrebna za nevtralizacijo nižjih maščobnih kislin, po ločitvi višjih maščobnih kislin z razredčeno raztopino magnezijevega sulfata, v 5 g maščobe.

Pribor

Uporabljamo enak pribor kot pri metodi določanja polmikroštevila maslene kisline.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) alkoholno raztopino kalijevega hidroksida: 40 ml 49 %-nega (m/m) kalijevega hidroksida (z gostoto 1,50 g/ml) pomešamo s 40 ml destilirane vode in v merilni bučki s prostornino 1000 ml do oznake dopolnimo s 96 %-nim (V/V) etanolom. Za 5 ml tako pripravljenega reagenta potrebujemo od 25 do 27 ml raztopine klorovodikove kisline ob fenolftaleinu kot indikatorju. Če je alkoholna raztopina kalijevega hidroksida precej slaba, moramo dodati ustrezno količino kalijevega hidroksida (z gostoto 1,50 g/ml);
- 2) 88 %-ni (m/m) glicerol (z gostoto 1,23 g/ml);
- 3) raztopino magnezijevega sulfata ($MgSO_4 \cdot 7 H_2O$) : 15 g magnezijevega sulfata raztopimo v 1000 ml destilirane vode;
- 4) 0,02 %-no (m/V) alkoholno raztopino fenolftaleina: 0,2 g fenolftaleina raztopimo z 90 %-nim (V/V) etanolom v merilni bučki s prostornino 1000 ml in dopolnimo do oznake;
- 5) raztopino natrijevega hidroksida, c (NaOH) = 0,01 mol/l, sveže pripravljeno;

6) 25 %-no (m/m) fosforjevo kislino (z gostoto 1,146 g/ml): en prostorninski del 85 %-ne (m/m) fosforjeve kisline (z gostoto 1,695 g/ml) pomešamo s štirimi prostorninskimi deli destilirane vode.

Postopek

Polmikroštevilo celotnih nižjih maščobnih kislin (CŠ) določimo tako, da po metodi določanja celotne maščobe po Soxhletu (točka 2.10), iz vzorca najprej ekstrahiramo celotno maščobo.

Postopek nato obsega;

- 1) umiljenje;
- 2) razmiljenje;
- 3) destilacijo;
- 4) titracijo.

Umiljenje

V okroglo bučko z ravnim dnom NB-29 s prostornino 50 ml odtehtamo 500 do 550 mg vzorca maščobe z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. Vzorec maščobe poprej raztopimo in potrebno količino dodamo s pipeto nato pa stehamo. Stehtanemu vzorcu dodamo 5 ml alkoholne raztopine kalijevega hidroksida in nekaj kroglic zaradi enakomernega vrenja. Bučko povežemo s povratnim hladilnikom in umiljamo na vreli vodni kopeli. Že bistro raztopino pustimo vreti najmanj 3 do 5 min. S pipeto s širokim vratom dodamo 1 ml glicerina in kuhamo naprej na vodni kopeli brez hladilnika, dokler alkohol ne izhlapi, kar ugotovimo po močnejšem penjenju raztopine. Da bi odstranili preostalo količino alkohola, postavimo bučko v sušilnik v vodoravnem položaju in jo 1 h sušimo pri temperaturi 100 °C.

Razmiljenje

Ko vzamemo bučko iz sušilnika, dodamo še vročemu milu 50 ml sveže prekuhane destilirane vode; pri tem bučko večkrat stresemo, da se mila popolnoma raztopijo. Ob nadaljnjem stresanju dodamo 25 ml raztopine magnezijevega sulfata. Bučko zamašimo in pustimo 13 h (čez noč) pri sobni temperaturi, nato pa vsebino filtriramo skozi naguban filtrirni papir s premerom 15 cm, v merilni valj s prostornino 100 ml. Dobiti moramo najmanj 50 ml filtrata.

Destilacija

Natančno 50 ml filtrata kvantitativno prenesemo v okroglo bučko z ravnim dnom NB-29 s prostornino 100 ml, dodamo nekaj kroglic zaradi enakomernega vrenja in 1 ml 25 %-ne fosforjeve kisline. Bučko povežemo z destilacijskim aparatom, destiliramo in 40 ml destilata ulovimo v merilni valj s prostornino 50 ml.

Kot toplotni vir uporabljamo oljno kopel s termoregulatorjem (možnost vzdrževanja konstantne temperature 175 °C). Gladina olja v kopeli mora biti 1 cm nad gladino tekočine v bučki.

Titracija

Destilat prenesemo v erlenmajerico s prostornino 100 ml. Hladilnik izperemo z 10 ml alkoholne raztopine fenolftaleina v merilni valj (pustimo, da se popolnoma odteče). Tekočino iz merilnega valja pazljivo prelijemo v erlenmajerico, v kateri je destilat.

Destilat pazljivo stresemo in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, dokler ne postane jasno rdeče barve, kar dosežemo s pribitkom (približno dve kapljici) raztopine natrijevega hidroksida iste koncentracije.

Merilni valj trikrat izperemo s tako pretitrirano raztopino; če se razbarva, titriramo naprej z raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, dokler ne postane blede rožnate barve, ki mora biti obstojna 30 s.

Opomba: Obvezno moramo narediti slepi poskus s 500 mg kakavovega masla, na enak način kot pri vzorcu.

Izračunavanje

Polmikroštevilo celotnih nižjih maščobnih kislin (CŠ) izračunamo po formuli a):

$$\text{a) } C\check{S} = \frac{(a - b) \cdot F \cdot 1,52 \cdot 500}{c}$$

kjer je:

CŠ - polmikroštevilo celotnih nižjih maščobnih kislin;

a - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za glavni poskus, v ml;

b - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za slepi poskus, v ml;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v mg;

F - faktor korekcije koncentracije;

ali po formuli b):

$$\text{b) } C\check{S} = (a - b) \cdot f \cdot F$$

kjer je:

CŠ - polmikroštevilo celotnih nižjih maščobnih kislin;

a - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za glavni poskus, v ml;

b - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljene za slepi poskus, v ml;

f - faktor preračunavanja za celotno število iz tabele 6;

F - faktor korekcije koncentracije.

Tabela 6. Faktor preračunavanja za celotno število

Odtehtana masa maščobe v mg	Faktor f	Odtehtana masa maščobe v mg	Faktor f
500 do 501	1,52	523 do 526	1,45
502 do 505	1,51	527 do 529	1,44
506 do 508	1,50	530 do 533	1,43
509 do 511	1,49	534 do 537	1,42
512 do 515	1,48	538 do 541	1,41
516 do 518	1,47	542 do 545	1,40
519 do 522	1,46	546 do 550	1,39

c) Izračunavanje polmikroštevila ostanka (ŠO)

Polmikroštevilo ostanka je razlika med polmikroštevilo celotnih nižjih maščobnih kislin in polmikroštevilo maslene kisline.

$$\text{ŠO} = \text{CŠ} - \text{MŠ}$$

Polmikroštevilo ostanka opozarja na navzočnost kaprinske in kaprilne kisline. Uporabljamo ga za analiziranje navzočnosti kokosove maščobe, ki je poleg mlečne maščobe, vsebovana v celotni maščobi.

Če je razmerje ŠO : MŠ enako 1,2 ali večje od 1,2, lahko zanesljivo ugotovimo dodatek kokosove maščobe. V tem primeru izračunamo delež kokosove maščobe v celotni maščobi po formuli:

$$\text{odstotek kokosove maščobe v celotni maščobi} = (2,76 \cdot \text{ŠO}) - (2,07 \cdot \text{MŠ}).$$

d) Izračunavanje deleža mlečne maščobe

1) Odstotek mlečne maščobe (Mm) v celotni maščobi izračunamo po naslednji formuli:

$$\text{Mm} (\%) = (5,09 \cdot \text{MŠ}) - (0,12 \cdot \text{ŠO})$$

2) Odstotek mlečne maščobe, računano na suho snov gotovega izdelka, izračunamo po formuli:

$$\text{mlečna maščoba, računano na suho snov, v \%} = \frac{\text{Cm} \cdot \text{Mm}}{100}$$

kjer je:

Cm = celotna maščoba v analiziranem vzorcu, računano na suho snov, v %;

Mm = mlečna maščoba v celotni maščobi v %.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, sme biti večja od 8 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 8 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.11 Določanje saharoze v kakavovih izdelkih - polarimetrijska metoda*A) Določanje saharoze v izdelkih, ki vsebujejo samo saharozo - metoda enojne polarizacije***Princip**

Saharozo ekstrahiramo iz vzorca z vročo destilirano vodo, z dodatkom bazičnega svinčevega acetata pa oborimo balastne snovi. Na polarimetru odčitamo v čistem filtratu sučni kot.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) polarimeter, polarimetrijsko cev, dolgo 2 dm;
- 2) svetlobni vir (natrijevo svetilko ali živosrebrovo svetilko). Če uporabljamo živosrebrovo svetilko, preračunamo dobljene vrednosti na natrijevo D črto tako, da jih pomnožimo s faktorjem 0,8492;
- 3) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 4) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) kalcijev karbonat, CaCO_3 ;
- 2) bazični svinčev acetat, $2 \text{ Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{Pb}(\text{OH})_2$, 40 %-no (m/m) raztopino: v 700 ml vroče destilirane vode raztopimo 230 g svinčevega acetata $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, vroči raztopini dodamo ob mešanju 120 g svinčevega oksida (PbO). Ko se večji del svinčevega oksida raztopi, ga filtriramo v merilno bučko s prostornino 1 l. Ostanek na filtrirnem papirju izperemo z vročo destilirano vodo, ohladimo na sobno temperaturo in do oznake dopolnimo z destilirano vodo ter dobro premešamo;
- 3) hladno nasičeno raztopino dinatrijevega fosfata v % (m/m): odtehtamo 8 g dinatrijevega fosfata ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12 \text{ H}_2\text{O}$) v merilno bučko s prostornino 100 ml, ga raztopimo z destilirano vodo in dopolnimo do oznake;
- 4) sveže žarjen kalcijev oksid, CaO ;
- 5) alkoholno raztopino fenolftaleina v % (m/V): odtehtamo 1 g fenolftaleina v merilno bučko s prostornino 100 ml, ga raztopimo s 96 %-nim (V/V) etanolom ter dopolnimo do oznake;
- 6) žveplovo kislino (H_2SO_4), 10 %-no (V/V) raztopino: en prostorninski del žveplove kisline (z gostoto 1,84 g/ml) pomešamo z devetimi deli destilirane vode.

Postopek

V erlenmajerico s prostornino 250 ml odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,1$ mg 10,00 g zdrobljenega vzorca, dodamo 0,5 g kalcijevega karbonata in 100 ml destilirane vode s temperaturo 20 °C. Bučko nato stehamo in segrevamo na vodni kopeli pri temperaturi od 50 do 60 °C, medtem pa od časa do časa premešamo, dokler se vzorec popolnoma ne raztopi. Bučko ohladimo pod tekočo vodo, obrišemo od zunaj, ponovno stehamo in dopolnimo z destilirano vodo na začetno maso. Nato ob stresanju dodamo 2 ml 40 %-ne (m/m) raztopine bazičnega svinčevega acetata in filtriramo skozi naguban filtrirni papir, ki ga med filtracijo pokrijemo z urnim steklom.

V merilno bučko s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 50 ml filtrata, dodamo 0,6 g sveže žarjenega kalcijevega oksida in 1 h segrevamo v vodni kopeli pri temperaturi 70 °C. Bučko ohladimo pod tekočo vodo na temperaturo 20 °C, dodamo kapljico alkoholne raztopine fenolftaleina ter ob stresanju bučke dodajamo po kapljicah 10 %-no raztopino žveplove kisline, dokler se rdeča barva ne porazgubi.

Da bi filtrat zbistрили, dodamo 2 ml raztopine bazičnega svinčevega acetata in 1 ml hladne nasičene raztopine dinatrijevega fosfata, do oznake dopolnimo z destilirano vodo, močno stresemo in filtriramo skozi naguban filtrirni papir.

Filtrat mora biti bister.

Določanje sučnega kota

Pred vsakim merjenjem moramo na polarimetru določiti ničlišče.

Polarimetrijsko cev napolnimo z destilirano vodo s temperaturo 20 °C in najmanj šestkrat odčitamo sučni kot. Ničlišče polarimetra je srednja vrednost teh razbirkov.

Da bi določili sučni kot pri analizirani raztopini, moramo polarimetrijsko cev dvakrat izprati z isto raztopino, nato pa napolniti z raztopino, katere temperatura je 20 °C; pri tem moramo paziti, da ne ostanejo zračni mehurčki. Sučni kot odčitamo najmanj šestkrat in izračunamo srednjo vrednost.

Izračunavanje

Količino saharoze izražamo v odstotkih, izračunamo pa jo po formulah odvisno od vrste polarimetra:

a) polarimeter - skala s krožno razdelbo:

$$\text{saharoza (\%)} = \frac{15,1240 \cdot d}{1 - (0,009193 \cdot d)}$$

kjer je:

d - sučni kot, odčitani pri analizirani raztopini;

b) polarimeter z Ventzkejevo razdelbo:

$$\text{saharoza (\%)} = \frac{5,2297 \cdot d}{1 - (0,003179 \cdot d)}$$

kjer je:

d - sučni kot, odčitani pri analizirani raztopini;

c) polarimeter z Laurentovo razdelbo:

$$\text{saharoza (\%)} = \frac{3,2724 \cdot d}{1 - (0,001989 \cdot d)}$$

kjer je:

d - sučni kot, odčitani pri analizirani raztopini.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti.

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek določanja ponoviti.

B) Določanje saharoze v izdelkih, ki vsebujejo poleg saharoze še druge sladkorje - metoda dvojne polarizacije

Princip

Saharozo ekstrahiramo iz vzorca z vročo destilirano vodo, z dodatkom bazičnega svinčevega acetata pa oborimo balastne snovi. Na polarimetru odčitamo sučni kot pri raztopini pred inverzijo in po njej.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) polarimeter;
- 2) svetlobni vir - natrijevo svetilko ali živosrebrovo svetilko. Če uporabljamo živosrebrovo svetilko, preračunamo dobljene vrednosti na natrijevo D črto tako, da jih pomnožimo s faktorjem 0,8492;
- 3) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,01$ g;
- 4) drug laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 40 %-no (m/m) raztopino bazičnega svinčevega acetata: pripravimo jo tako kot pri metodi določanja deleža saharoze v kakavovih izdelkih pod točko a);
- 2) 98 do 100 %-no glacialno očetno kislino;
- 3) raztopino klorovodikove kisline, $c(\text{HCl}) = 6,3$ mol/l: v merilno bučko s prostornino 1000 ml odmerimo 630 ml koncentrirane klorovodikove kisline (z gostoto 1,16 do 1,18 g/ml) ter do oznake dopolnimo z destilirano vodo.

Zaradi določitve titra odmerimo s pipeto 5 ml tako pripravljene raztopine klorovodikove kisline v merilno bučko s prostornino 100 ml in jo do oznake dopolnimo z destilirano vodo. Za titracijo uporabljamo fenolftalein kot indikator.

Če je titer točen, znaša poraba raztopine natrijevega hidroksida 31,5 ml. Če je poraba manjša ali večja, korigiramo titer kisline z dodatkom klorovodikove kisline ali destilirane vode.

Postopek

V čašo s prostornino 100 ml odtehtamo 25,00 g zdrobljenega vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg in ga segrevamo, dokler ne postane tekoč. Nato postopno dodamo 40 ml destilirane vode s temperaturo 80 °C in mešamo, dokler ni zmes homogena. Dobljeno zmes, s 100 ml vroče destilirane vode, kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml. Pod tekočo vodo ohladimo na sobno temperaturo in dodamo 3,75 ml raztopine bazičnega svinčevega acetata.

Če je v vzorcu več kot 20 % nemaščobnih kakavovih delcev, dodamo za bistrenje 5 ml raztopine bazičnega svinčevega acetata.

Bučko nato do oznake dopolnimo z destilirano vodo, dobro premešamo in skozi naguban filtrirni papir filtriramo v suho erlenmajerico, pri čemer zavržemo prvih 20 ml filtrata.

Od dobljenega filtrata odmerimo s pipeto 50 ml v suho erlenmajerico s prostornino 100 ml, dodamo 0,2 ml glacialne očetne kisline, zamašimo in dobro stresemo. Raztopina je pripravljena za odčitavanje sučnega kota pred inverzijo.

Od istega filtrata odmerimo s pipeto 40 ml, v merilno bučko s prostornino 50 ml, dodamo 5 ml raztopine klorovodikove kisline, vstavimo termometer in segrevamo na vodni kopeli s temperaturo 62 °C, pri tem pa počasi mešamo.

Segrevamo 2 min, da bi se vsebina v bučki segrela na 60 °C in to temperaturo vzdržujemo 10 min. Nato bučko ohladimo pod tekočo vodo na temperaturo 20 °C, termometer izperemo z destilirano vodo v isto bučko, bučko do oznake dopolnimo z destilirano vodo in po 1 h odčitamo sučni kot.

Določanje sučnega kota

Ničlišče določimo kot pri metodi določanja saharoze v kakavovih izdelkih (pod točko a). Za določitev sučnega kota pri tako invertirani raztopini polarimetrijsko cev dvakrat izperemo z isto raztopino, nato pa jo z njo napolnimo. Pri tem moramo paziti, da ne ostanejo zračni mehurčki. Sučni kot odčitamo najmanj šestkrat in izračunamo srednjo vrednost.

Izračunavanje

Specifični zasuk raztopine pred inverzijo izračunamo po formuli:

$$D = \frac{100 \cdot d}{l \cdot c}$$

kjer je:

d - odčitani sučni kot, korigiran z ničliščno vrednostjo in faktorjem razredčenja 1,004;

l - dolžina polarimetrijske cevi v dm;

c - koncentracija raztopine (v našem primeru 10 g na 100 ml).

Specifični zasuk raztopine po inverziji izračunamo po formuli:

$$I = \frac{100 \cdot d}{l \cdot c}$$

kjer je:

d - odčitani sučni kot, korigiran z ničliščno vrednostjo in faktorjem razredčenja 1,25;

l - dolžina polarimetrijske cevi v dm;

c - koncentracija raztopine (v našem primeru 10 g / 100 ml).

Nekorigirano količino saharoze izračunamo po formuli:

$$S = \frac{D - I}{0,8811}$$

kjer je:

D - specifični zasuk raztopine pred inverzijo;

I - specifični zasuk raztopine po inverziji;

0,8811 - faktor konverzije, faktor preračunavanja za saharozo.

Da bi izračunali pravo količino saharoze, moramo nekorrigirano količino saharoze pomnožiti s faktorjem, s katerim se korigira prostornina (V), ki se nanaša na netopne snovi v 10 %-ni raztopini, izračunamo pa jo po formuli:

$$V = \frac{1000 - (1,02 x + 0,8 y)}{1000}$$

kjer je:

x - količina celotne maščobe v analiziranem vzorcu v %;

y - količina nemaščobnih suhih kakavovih delcev in mlečnih beljakovin v analiziranem vzorcu v %.

Vrednost x določimo eksperimentalno, vrednost y pa izračunamo.

Če je količina sladkorja (saharoza + laktoza) približno 40 %, izračunamo vrednost y po formuli:

$$y = 102 - (v + m + S)$$

Če je količina sladkorja (saharoza + laktoza) manjša od 50 %, izračunamo vrednost y po formuli:

$$y = 102,5 - (v + m + S)$$

kjer je:

v - količina vode v analiziranem vzorcu v %;

m - količina maščobe v analiziranem vzorcu v %;

S - količina saharoze, nekorrigirana, v %.

Primer izračunavanja

Določanje specifičnega zasuka pred inverzijo:

- dolžina polarimetrijske cevi 2 dm;
- ničliščna vrednost polarimetra $-0,11^{\circ}$;
- sučni kot pri raztopini $+5,92^{\circ}$;
- specifični zasuk, korigiran $+6,03^{\circ}$;

$$D = \frac{100 \cdot 6,03 \cdot 1,004}{2 \cdot 10}$$

$$D = +30,27^{\circ}$$

2. Določanje specifičnega zasuka po inverziji:

- dolžina polarimetrijske cevi 2 dm;
- ničliščna vrednost polarimetra $-0,21^{\circ}$;
- sučni kot pri raztopini $+1,76^{\circ}$;
- specifični zasuk, korigiran $+1,55^{\circ}$;

$$D = \frac{100 \cdot (-1,55) \cdot 1,25}{2 \cdot 10}$$

$$D = -9,69^{\circ}$$

3. Izračunavanje količine saharoze, nekorrigirane, v %:

$$S = \frac{30,27 - (-9,69)}{0,8811}$$

$$S = 45,35 \%$$

4. Izračunavanje dejanske količine saharoze v analiziranem vzorcu v %:

- količina celotne maščobe 39,0 %;
- količina vode 0,8 %;
- količina saharoze, nekorrigirane 45,35 %;

$$\begin{aligned}
 y &= 102,5 - (0,8 + 39,0 + 45,35) \\
 y &= 17,35 \\
 V &= \frac{1000 - (1,02 \cdot 39,0) + (0,8 \cdot 17,35)}{1000} \\
 V &= 0,946
 \end{aligned}$$

Dejanska količina saharoze v vzorcu je nekorrigirana količina saharoze, pomnožena z 0,946, kar znaša $45,35 \cdot 0,946 = 42,90 \%$.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti.

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.12 Določanje sladkorja po Luff-Schoorlu

Določanje sladkorja v bonbonskih izdelkih, keksih in keksom sorodnih izdelkih

Princip

Metoda temelji na principu, da reducirajoči sladkorji (naravni invert) v določenih pogojih spreminjajo bakrov sulfat (CuSO_4) iz Luffove raztopine v bakrov oksid (Cu_2O). Neporabljeno količino ionov bakra (Cu^{2+}) določimo tako, da raztopini dodamo kalijev jodid, pri čemer se izloči ekvivalentna količina elementarnega joda, ki ga ob škrobu kot indikatorju določimo s titracijo z raztopino natrijevega tiosulfata. Nereducirajoči disaharid (saharoza) moramo poprej invertirati oziroma hidrolizirati na reducirajoče monosaharide s klorovodikovo kislino. Iz razlike med dobljenim celotnim invertom in naravnim invertom dobimo količino reducirajočih sladkorjev, nastalih z inverzijo saharoze.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

1) Luffov reagent:

- raztopina citronske kisline: 50 g citronske kisline ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 50 ml destilirane vode;
- raztopina bakrovega sulfata: 25 g bakrovega sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 100 ml destilirane vode;
- raztopina natrijevega karbonata: 143 g brezvodnega natrijevega karbonata (Na_2CO_3) ali 388 g kristalnega natrijevega karbonata ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 300 ml vroče destilirane vode.

V raztopino natrijevega karbonata pazljivo vlijemo raztopino citronske kisline, počasi mešamo, dokler se ne neha razvijati ogljikov dioksid, nato pa dodamo raztopino bakrovega sulfata in dopolnimo z destilirano vodo. Pustimo čez noč in po potrebi filtriramo.

Luffov reagent mora imeti določeno koncentracijo

$$c\left(\frac{\text{Cu}}{2}\right) = 0,1 \text{ mol/l in } c\left(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3\right) = 2 \text{ mol/l.}$$

Kontrola Luffovega reagenta:

a) V 25 ml pripravljenega Luffovega reagenta dodamo 3 g kalijevega jodida in 25 ml žveplove kisline. Titriramo z natrijevim tiosulfatom ob škrobu, ki ga dodamo na koncu titracije, dokler modra barva ne preide v barvo bele kave.

Porabiti moramo 25 ml tiosulfata, če pa ga ne porabimo toliko, moramo dodati bakrov sulfat;

b) 10 ml Luffovega reagenta odmerimo s pipeto v merilno bučko s prostornino 100 ml in dopolnimo z destilirano vodo do oznake. V erlenmajerico s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 10 ml tako razredčenega reagenta in dodamo 25 ml klorovodikove kisline, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$. Bučko potopimo v vrelo vodno kopel in 1 h segrevamo, ohladimo, do začetne prostornine dopolnimo s sveže prekuhano vodo ter titriramo z natrijevim hidroksidom ob fenolftaleinu kot indikatorju.

Porabiti moramo od 5,5 do 6,5 ml natrijevega hidroksida;

c) 10 ml razredčenega Luffovega reagenta pod b) titriramo s klorovodikovo kislino ob fenolftaleinu kot indikatorju, dokler ne izgine vijoličasta barva.

Porabiti moramo od 6 do 7,5 ml klorovodikove kisline;

d) pH vrednost Luffovega reagenta pri temperaturi 20°C mora biti 9,3 do 9,4;

2) raztopino natrijevega tiosulfata, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;

3) raztopino škroba: 5 g topnega škroba raztopimo v 30 ml vode in vlijemo v liter vrele vode. Pustimo vreti 3 min, ohladimo in eventualno dodamo 10 mg merkurijodida kot konzervansa;

4) raztopino žveplove kisline, $c\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right) = 6 \text{ mol/l}$;

5) 30 %-no (m/m) raztopino kalijevega jodida, ki jo moramo vedno pripraviti svežo in hraniti v temni steklenici;

6) raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

7) raztopino klorovodikove kisline, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

8) 1 %-no (m/V) raztopino fenolftaleina v etanolu;

9) izopentanol (ni nujen);

10) raztopino Carrez I: v malo vode raztopimo 21,95 g cinkovega acetata - dihidrata, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ali 24 g cinkovega acetata - trihidrata, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in 3 g glacialne očetne kisline ter do 100 ml dopolnimo z destilirano vodo;

11) raztopino Carrez II: 10,6 g kalijevega heksacianoferata II - trihidrata, $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, raztopimo v vodi in dopolnimo do 100 ml;

12) klorovodikovo kislino, koncentrirano (HCl);

13) kloroform (CHCl_3);

14) 80 %-ni (V/V) etanol;

15) kalcijev karbonat (CaCO_3);

16) natrijev hidroksid, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

Priprava vzorca*A) Rahat - lokum*

Z nekaj kosov rahat - lokuma, ki predstavljajo vzorec, s skalpelom pazljivo odstranimo površinsko plast, ki je prekrita s sladkorjem v prahu. Odstranjena plast mora biti približno 0,5 cm, da bi z zunanjih površin odstranili vpiti sladkor in tako zagotovili pravilen vzorec rahat - lokuma.

B) Žele izdelki

Z nekaj kosov žele izdelka, ki predstavljajo vzorec, s skalpelom pazljivo odstranimo površinsko plast, ki je prekrita s sladkorjem. Odstranjena plast mora biti toliko debela, da zanesljivo odstranimo vpiti sladkor in dobimo pravilen vzorec žele mase.

C) Trdi bonboni

Bonbone dobro zdrobimo v terilnici.

D) Keksi in keksom sorodni izdelki

Kekse in keksom sorodne izdelke dobro zdrobimo v terilnici.

E) Gumijasti bonboni in žvečilni gumi

S površine gumijastih bonbonov in žvečilnega gumija odstranimo sladkor, nato pa jih razrežemo na koščke riževe velikosti.

F) Kolači - biskviti

Kolače-biskvite dobro zdrobimo v terilnici.

Postopek

Za vzorce pod A), B), C) in D):

V čašo s prostornino 100 ml odtehtamo $5 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ vzorca, ga raztopimo v topli vodi in kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml. Če je potrebno, odstranimo balastne snovi z dodatkom 5 ml Carreza I in 5 ml Carreza II. Po vsakem dodatku Carreza moramo vsebino premešati, nato pa jo dopolnimo do oznake, premešamo in filtriramo (filtrat I).

Za vzorec pod E):

V erlenmajerico s prostornino 250 ml in brušenim zamaškom odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,1 \text{ mg}$ 5 g pripravljenega vzorca gumijastega bonbona, dodamo 50 ml destilirane vode in 50 ml kloroforma ter postavimo na povratni hladilnik z brušenim zamaškom. Raztopino stresemo in segrevamo na vodni kopeli v digestoriju, dokler vzorec ne razpade. Razpadli gumi ima videz prhke usedline na dnu in je v kloroformski plasti. Bučko popolnoma ohladimo pod curkom vode in vodno plast filtriramo skozi filtrirni papir (črni trak Schleicher und Schull ali drug filtrirni papir ustrezne poroznosti) v merilno bučko s prostornino 250 ml. Preostalo kloroformsko plast ekstrahiramo tako, da jo trikrat stresemo s po 50 ml destilirane vode, prenesemo v bučko in dopolnimo do oznake (filtrat I).

Opomba: Pri segrevanju vzorca s kloroformom in vodo na vodni kopeli kloroform ne sme vreti pod vodno plastjo (temperatura kopeli ne sme biti višja od 55°C). Pri ekstrakciji preostale kloroformske plasti moramo vsebino močno in na hitro stresati, pri tem pa občasno dvigniti zamašek. Posebej moramo paziti, da pri ločevanju vodnega ekstrakta ne prenesemo tudi kloroformske plasti.

Za vzorec pod F):

Odtehtamo 5 g pripravljenega vzorca z natančnostjo $\pm 0,1 \text{ mg}$ in ga s 150 ml 80 %-nega etanola kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml, dodamo 2 g CaCO_3 , segrevamo, dokler ne zavre, in pustimo 1 h na segreti vodni kopeli (60°C). Nato vsebino ohladimo na sobno temperaturo, do oznake dopolnimo z 80 %-nim etanolom in filtriramo. V merilno bučko s prostornino 100 ml prenesemo 10 ml filtrata in ga segrevamo na vodni

kopeli, dokler ne izhlapi ves alkohol. Paziti moramo, da ne izhlapi do suhega, vendar smemo dodati največ 10 ml vode.

Ko izgine vonj po alkoholu, dodamo 20 ml vode, natančno 0,5 ml koncentrirane klorovodikove kisline, postavimo na vrelo vodno kopel in invertiramo 30 min, ohladimo in nevtraliziramo z raztopino natrijevega hidroksida ob univerzalnem indikatorskem papirju.

Z dodatkom 5 ml Carreza I in 5 ml Carreza II oborimo balastne snovi. Bučko dopolnimo z vodo do oznake, vsebino pa filtriramo skozi suh filtrirni papir (filtrat I).

DOLOČANJE NARAVNEGA INVERTA ZA VZORCE POD A, B, C, D IN E

V merilno bučko s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 25 ml filtrata in dopolnimo do oznake. V erlenmajerico s prostornino 300 ml dodamo s pipeto 25 ml Luffovega reagenta in razredčenega filtrata I (ki mora vsebovati 15 do 60 mg sladkorja) ter nekoliko steklenih kroglic zaradi enakomernega vrenja. Bučko povežemo s povratnim hladilnikom in na odprtem ognju segrevamo tako, da zavre v 2 min. Ogenj nato zmanjšamo in kuhamo še 10 min. Bučko nato takoj ohladimo pod curkom vode in dodamo 10 ml raztopine kalijevega jodida, potem pa po malem 25 ml žveplove kisline. Žveplovo kislino moramo dodajati pazljivo, ker se peni.

Nato izločeni jod titriramo ob neprestanem mešanju z natrijevim tiosulfatom, dokler ne postane raztopina svetlo rumene barve, dodamo nekaj kapljic raztopine škroba in titracijo postopno nadaljujemo po kapljicah, dokler raztopina ne izgubi modre barve.

Hkrati moramo v popolnoma enakih pogojih narediti tudi slepi poskus z enako količino Luffovega reagenta, le da namesto filtrata I dodamo 25 ml destilirane vode.

Izračunavanje

Naravni invert (v %) izračunamo po formuli:

$$\frac{250 \cdot 100 \cdot d \cdot 100}{c \cdot 25 \cdot 25 \cdot 1000} = 4 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$$

kjer je:

c - masa vzorca v g;

d - masa invertnega sladkorja v mg, odčitana iz tabele 8, na podlagi razlike (a - b) mililitrov raztopine natrijevega tiosulfata, porabljenih za slepi poskus in za poskus;

F - faktor korekcije koncentracije.

DOLOČANJE CELOTNEGA INVERTA ZA VZORCE POD A, B, C, D, E IN F

V merilno bučko s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 10 ml filtrata I. Razredčimo ga s 30 ml destilirane vode in dodamo natančno 0,5 ml koncentrirane klorovodikove kisline. Vse to potopimo v vročo vodno kopel in invertiramo natančno 30 min, ohladimo pod curkom hladne vode, nato pa nevtraliziramo z raztopino natrijevega hidroksida c (NaOH) = 1 mol/l in do oznake dopolnimo z destilirano vodo.

V erlenmajerico s prostornino 300 ml dodamo s pipeto 25 ml Luffove raztopine in 25 ml raztopine sladkorja in ravnamo naprej kot z naravnim invertom.

Izračunavanje

Celotni invert (v %) izračunamo po formuli:

$$\frac{250 \cdot 100 \cdot d \cdot 100}{c \cdot 10 \cdot 25 \cdot 1000} = 10 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$$

kjer je:

c - masa vzorca v g;

d - masa invertnega sladkorja v mg, odčitana iz tabele 8, na podlagi razlike (a - b) mililitrov raztopine natrijevega tiosulfata, porabljenih za slepi poskus in za poskus;

F - faktor korekcije koncentracije.

Izračunavanje saharoze:

$$\text{saharoza (\%)} = (b - a) \cdot 0,95$$

kjer je:

a - naravni invert v %;

b - celotni invert v %.

Opomba: Pri delu po tej metodi moramo posebej paziti na količino sladkorja, vzetega v postopku. Na 25 ml Luffovega reagenta dodamo 25 ml filtrata, ki mora vsebovati najmanj 15 mg in največ 62 mg reducirajočega sladkorja, izraženega kot glukoza.

Pri okisanju z žveplovo kislino lahko dodamo 1 ml izopentanol, da bi preprečili penjenje.

Primer izračunavanja**a) Naravni invert:**

slepi poskus = 24,90 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

poskus = 14,70 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

F(Na₂S₂O₃) = 1,0000

masa vzorca = 5,0000 g

razlika v ml = 24,90 - 14,70 = 10,20 ml, temu pa ustreza 25,52 mg invertnega sladkorja

$$\text{naravni invert} = 4 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$$

$$\text{naravni invert} = 4 \cdot \frac{25,52}{5} \cdot 1 = 20,42 \%$$

b) Celotni invert:

slepi poskus = 24,90 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

poskus = 8,30 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

F(Na₂S₂O₃) = 1,0000

masa vzorca = 5,00 g

razlika v ml = 24,90 - 8,30 = 16,60 ml, temu pa ustreza 43,04 mg invertnega sladkorja

$$\text{celotni invert} = 10 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$$

$$\text{celotni invert} = 10 \cdot \frac{43,04}{5,0000} \cdot 1 = 86,08 \%$$

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravi, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene povprečne vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.13 Določanje laktoze po Luff-Schoorlu v kakavovih izdelkih, čokoladi podobnih izdelkih in kremnih izdelkih**Princip in uporaba**

Pod določenimi pogoji lahko reducirajoči sladkor laktoza spremeni bakrov sulfat iz Luffove raztopine v bakrov (I) oksid (Cu_2O). Neporabljeno količino ionov bakra (Cu^{2+}) določimo tako, da raztopini dodamo kalijev jodid, pri čemer se izloči ekvivalentna količina elementarnega joda, ki ga ob škrobu kot indikatorju določimo s titracijo z raztopino natrijevega tiosulfata.

Metodo uporabljamo za vse izdelke, ki vsebujejo mleko.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente;

- 1) raztopino kalijevega oksalata: 10 g kalijevega oksalata ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) raztopimo v 100 ml destilirane vode;
- 2) raztopino dinatrijevega fosfata: 10 g dinatrijevega fosfata ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 100 ml destilirane vode;
- 3) diatomejsko zemljo: 50 g Celite 545 in 50 g Celite filter 50 Cel dobro pomešamo in žarimo pri temperaturi 800 °C;
- 4) Luffov reagent kot pri metodi določanja sladkorja po Luff-Schoorlu (točka 2.2.12);
- 5) kalijev jodid, čistoče p. a.;
- 6) žveplovo kislino, $c\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right) = 6 \text{ mol/l}$;
- 7) raztopino natrijevega tiosulfata, $c(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 8) 1 %-no (m/V) raztopino škroba.

Postopek

V merilno bučko s prostornino 200 ml odmerimo s pipeto 50 ml 10 %-ne raztopine za analizo (enaka raztopina, kot jo uporabljamo za polarimetrijsko določanje saharoze), dodamo 2 ml raztopine kalijevega oksalata, pustimo 1 min, nato pa dodamo 2 ml raztopine dinatrijevega fosfata, do oznake dopolnimo z destilirano vodo in premešamo.

Nato zlijemo vsebino v čašo in dodamo za noževno konico diatomejske zemlje (dvakrat), premešamo in filtriramo skozi naguban filtrirni papir. Prvi mililiter filtrata ponovno filtriramo skozi isti filtrirni papir.

V erlenmajerico s prostornino 300 ml NB-29 odmerimo s pipeto 25 ml Luffovega reagenta in 25 ml filtrirane raztopine sladkorja, dodamo nekaj steklenih kroglic zaradi enakomernega vrenja, povežemo s povratnim hladilnikom in segrevamo na azbestni mrežici, ki ima odprtino, veliko kot dno bučke, tako, da vsebina bučke zavre po dveh minutah, vreti pa mora natančno 10 min.

Potem vsebino bučke ohladimo na sobno temperaturo in dodamo 3 g kalijevega jodida, ki smo ga raztopili v malo destilirane vode. Nato ob mešanju zelo pazljivo dodamo 25 ml žveplove kisline. Sproščeni jod takoj titriramo z raztopino natrijevega tiosulfata ob raztopini škroba.

Enako naredimo tudi slepi poskus, le da namesto raztopine sladkorja dodamo enako prostornino destilirane vode.

Izračunavanje

Od mililitrov raztopine natrijevega tiosulfata, porabljenih za slepi poskus, odštejemo raztopino natrijevega tiosulfata, porabljeno za glavni poskus in iz tabele 8 odčitamo ustrezno maso anhidrida laktoze.

Količino laktoze v vzorcu nato izračunamo po formuli:

$$L_1 = \frac{m \cdot 4 \cdot F}{n}$$
$$L = (L_1 - r) \cdot V$$
$$L = (L_1 - 0,25) \cdot 0,95$$

kjer je:

L - količina anhidrida laktoze v %;

L - nekorrigirana količina anhidrida laktoze v %;

m - anhidrid laktoze, odčitani iz tabele 8, v mg;

n - porabljena prostornina 2,5 %-ne raztopine sladkorja v ml;

r - 0,25 - faktor korekcije zaradi navzočnosti saharoze in reducirnih kakavovih delcev;

0,95 - faktor korekcije za prostornino usedline;

F - faktor korekcije.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.14 Določanje askorbinske kisline z 2,6-diklorfenol-indofenolom

Princip in uporaba

Metoda temelji na sposobnosti 2,6-diklorfenol-indofenola, da oksidira askorbinsko kislino in pri tem preide v brezbarvno levko bazo.

Metodo uporabljamo za določanje askorbinske kisline v bonbonih.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 2) avtomatsko bireto s prostornino 150 ml;
- 3) drug laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino 2,6-diklorfenol-indofenola: v merilni bučki s prostornino 200 ml raztopimo 50 mg natrijeve soli in 2,6-diklorfenol-indofenola v 150 ml vroče vode, ki vsebuje 42 mg NaHCO_3 , ohladimo in do 200 ml dopolnimo z vodo, nato pa filtriramo in hranimo v temni steklenici pri temperaturi $+ 3\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 2) standardno raztopino askorbinske kisline: v merilno bučko s prostornino 100 ml odtehtamo 5 do 10 mg askorbinske kisline, jo raztopimo in do oznake dopolnimo z 2 %-no očetno ali oksalno kislino.

Postopek

Standardizacija raztopine.

Pred uporabo standardiziramo raztopino 2,6-diklorfenol-indofenola z askorbinsko kislino.

V erlenmjerico s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 10 ml standardne raztopine in titriramo z raztopino 2,6-diklorfenol-indofenola, dokler ne postane rožnate barve, ki mora biti obstojna 15 s. Titer raztopine 2,6-diklorfenol-indofenola izračunamo po formuli:

$$E = \frac{A}{P}$$

kjer je:

E - titer 2,6-diklorfenol-indofenola v mg/ml;

A - masa askorbinske kisline v 10 ml standardne raztopine v mg;

P - prostornina 2,6-diklorfenol-indofenola, porabljena za titracijo 10 ml standardne raztopine askorbinske kisline, v ml.

Postopek

V merilno bučko s prostornino 100 ml odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,1$ mg količino zdrobljenih bonbonov, ki vsebuje 5 do 10 mg askorbinske kisline, jih raztopimo in do oznake dopolnimo z 2 %-no očetno ali oksalno kislino.

V erlenmajerico s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 10 ml te raztopine in titriramo z raztopino 2,6-diklorfenol-indofenola, dokler ne postane rožnate barve, ki mora biti obstojna 15 s.

Pri pripravi vzorca moramo paziti, da ne pride v stik s kovino, da ne bi askorbinska kislina oksidirala.

Izračunavanje

Askorbinsko kislino izračunamo po formuli:

$$\text{askorbinska kislina (mg/100g)} = \frac{V \cdot E \cdot 10}{c} \cdot 100$$

kjer je:

V - 2,6-diklorfenol-indofenol, porabljen za titracijo 10 ml poskusne raztopine, v ml;

E - titer 2,5-diklorfenol-indofenola v mg/ml;

c - masa vzorca v g.

Primer izračunavanja

$$C = \frac{7,10 \cdot 0,129 \cdot 10}{2,0597} \cdot 100 = 445 \text{ mg/100 g}$$

V = 7,10 ml

E = 0,129 mg/ml

c = 2,0597 g

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravi, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.15 Določanje etanola**Princip**

Določanje etanola temelji na merjenju gostote destilata pri natančno določeni temperaturi.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) bučko z okroglim dnom NB-29, s prostornino 500 ml;
- 2) Liebigov hladilnik, dolg 50 cm, z 2 NB-29;
- 3) podaljšek za destilacijo z 2 NB-29 (most KU-244);
- 4) podaljšek za Liebigov hladilnik z 2 NB-29 (KU-280);
- 5) merilno bučko s čepom, s prostornino 100 ml;
- 6) piknometar po Reischauerju s prostornino 50 ml;
- 7) lij za piknometar;
- 8) ultratermostat, vodni, s kontaktnim termometrom;
- 9) analitsko tehtnico, z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 10) eksikator s sušivom;
- 11) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) sredstvo proti penjenju, taninsko kislino ali kakšno drugo sredstvo;
- 2) aceton;
- 3) kromžveplovo kislino.

Umerjanje piknometra

Piknometar dobro operemo s kromžveplovo kislino in izperemo z destilirano vodo. V čisti piknometar vlijemo sveže prekuhano in ohlajeno destilirano vodo, ki naj sega neznatno nad oznako in piknometar postavimo v vodni ultratermostat, v katerem je temperatura vode 20 °C. Temperiranje traja 30 min. Gladina vode v ultratermostatu mora biti najmanj 1 cm nad oznako na piknometru.

Po temperiranju vzamemo piknometar iz ultratermostata, odvečno vodo odstranimo z zvitkom filtrirnega papirja in na enak način posušimo notranje stene vratu piknometra.

Piknometar zamašimo, obrišemo od zunaj in stehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo $\pm 0,1$ mg (P_1).

Temperiranje in tehtanje ponavljamo, dokler se masa v piknometru z vodo ne ustali. Piknometar nato izpraznimo, izperemo z acetonom, posušimo v sušilniku, ohladimo v eksikatorju in stehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo $\pm 0,1$ mg (P_2).

Priprava vzorca

a) Tekoči vzorec

Merilno bučko z zamaškom in prostornino 100 ml napolnimo s tekočim vzorcem, ki naj sega neznatno nad oznako in 30 min segrevamo pri temperaturi 20 °C. Nato odvečno tekočino odstranimo z zvitkom filtrirnega papirja. Tekoči vzorec kvantitativno prenesemo v bučko za destilacijo s prostornino 500 ml in dodamo 150 ml destilirane vode. Vzorec je tako pripravljen za destilacijo.

b) Poltekoči in trdni vzorec

Odtehtamo približno 100 g vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg in ga kvantitativno prenesemo v bučko za destilacijo. Trdni vzorec moramo pri prenosu zdrobiti s skalpelom. Nato dodamo približno 3 g taninske kisline ali ustrezno količino kakšnega drugega sredstva proti penjenju. Vrat steklenice in skalpel obrišemo s papirno vato in damo vse skupaj v bučko. Nato dodamo približno 150 ml destilirane vode in vzorec je pripravljen za destilacijo.

Postopek

Bučko za destilacijo (slika 2) povežemo s hladilnikom naprave, gorilnik pa postavimo v ustrezni razdalji od bučke, tako da vsebina v njej vre, ne da bi se močneje penila, iz kondenzatorja pa kapljata v merilno bučko po dve kapljici na sekundo. Pred začetkom destilacije vlijemo v bučko približno 5 ml destilirane vode, v katero potopimo vrh podaljška za destilacijo, vendar tako, da se ne dotika dna bučke.

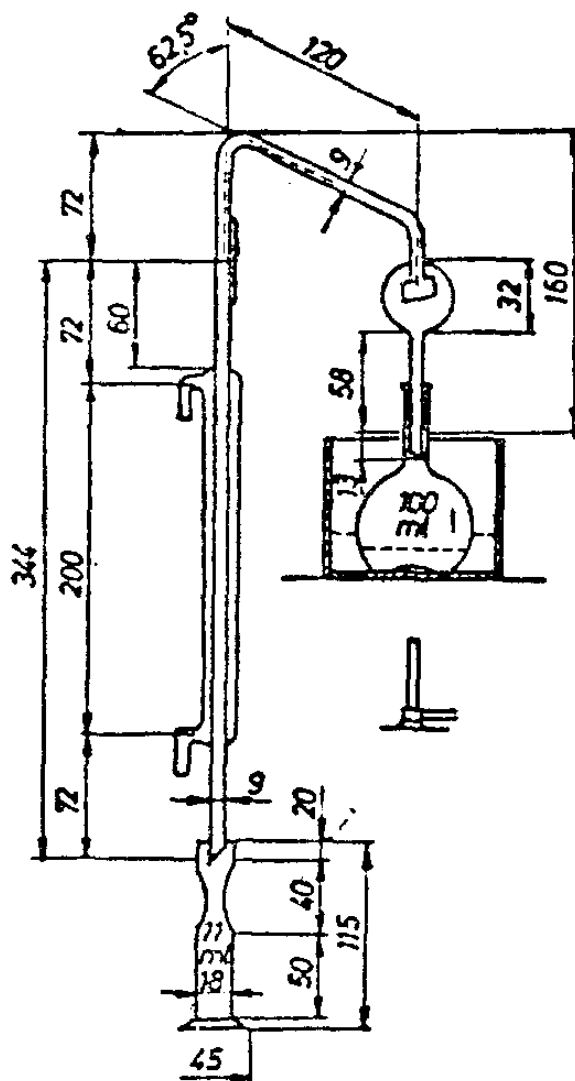
Merilno bučko med destilacijo potopimo v posodo s hladno vodo.

Da bi se izognili neželenemu segrevanju hladilnika z grelom, moramo hladilnik zavarovati pred toploto. Temperatura vode pri izhodu iz hladilnika ne sme biti višja od 20 °C, da bi preprečili morebitno izgubo alkohola pri destilaciji.

V merilno bučko najprej predestiliramo toliko destilata, da je celotna prostornina približno 96 ml, vrh podaljška izperemo z malo vode, bučko zamašimo, počasi krožno premešamo in postavimo v ultratermostat, v katerem je temperatura vode 20 °C, ter segrevamo 30 min.

Nato destilat v merilni bučki dopolnimo do oznake z destilirano vodo, bučko ponovno zamašimo in stresemo. Merilni piknometar večkrat izperemo z destilatom. Nato posodo do oznake dopolnimo z destilatom in 30 min segrevamo v ultratermostatu (temperatura vode mora biti 20 °C).

Po segrevanju vzamemo piknometar iz ultratermostata in ga obrišemo od zunaj, destilat nad oznako pa odstranimo z zvitkom filtrirnega papirja ter na enak način posušimo tudi notranje stene vratu piknometra. Piknometar z destilatom stehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo $\pm 0,1$ mg (P_3).



Slika 2: Aparatura za destilacijo

Izračunavanje

a) Pri poltekočih in trdnih vzorcih izračunamo gostoto po formuli:

$$20/20\text{ }^{\circ}\text{C} = \frac{P_3 - P_2}{P_1 - P_2}$$

kjer je:

20/20 °C - gostota pri temperaturi 20 °C;

P₁ - masa piknometra z vodo v g;

P₂ - masa piknometra v g;

P₃ - masa piknometra z destilatom v g.

Iz tabele 9 odčitamo maso alkohola, ki ustreza 20/20 °C. Odstotek mase etanola na celotni izdelek izračunamo po formuli:

$$G = \frac{g}{c} \cdot 100$$

kjer je:

c - masa vzorca v g;

G - količina alkohola na celotno maso izdelka v %;

g - masa etanola, odčitana iz tabele v % (m/m).

Rezultat izračunamo kot srednjo vrednost in izrazimo z dvema decimalkama.

Primer izračunavanja

c = 100,21 g

P₁ = 82,66331 g

P₂ = 32,84620 g

P₃ = 82,42818 g

$$\text{gostota} = \frac{82,42818 - 32,84620}{82,66331 - 32,84620} = 0,9953$$

Ustrezna masa etanola, odčitana iz tabele 9, v % = 2,56.

$$G = \frac{2,56 \cdot 100}{100,21}$$
$$G = 2,55 \% \text{ (m/m)}$$

b) Pri tekočih vzorcih izračunamo gostoto takole:

Potem, ko določimo gostoto kot pod a), odčitamo iz tabele 9 količino etanola v % (V/V), ki ustreza dobljeni gostoti 20/20 °C.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 0,15 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 0,15 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.16 Določanje pH vrednosti - elektrometrijska metoda

Princip

pH vrednost določamo v filtratu z umerjalnim pH metrom.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) pH meter s stekleno ali kalomelno elektrodo ali kombinirano elektrodo;
- 2) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednji reagent:

- 1) raztopino pufru z znano pH vrednostjo pri temperaturi določanja.

Za umerjanje območja pH od 0 do 8 lahko vzamemo raztopino pufru s katerokoli vrednostjo iz tega območja, npr.: pH = 4,00.

Za umerjanje pH metra od 0 do 14 vzamemo raztopino, pufru s pH vrednostjo 6,5, ki pokriva vse območje.

Postopek*Določanje pH vrednosti*

Pred določanjem moramo pH meter umeriti po navodilu, ki je priložen k aparatu.

V čašo s prostornino 150 ml odtehtamo 10,00 g vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg in mu ob mešanju postopno dodamo 90 ml vroče destilirane vode. Suspenzija mora biti homogena. Filtriramo skozi naguban filtrirni papir, filtrat takoj ohladimo na 20 °C in odčitamo pH vrednost.

Odčitavanje ponavljamo do konstantne pH vrednosti. Naredimo dva vzporedna poskusa.

Poseben primer

Kakavovo maslo raztopimo in ga v 5 min mehanično zmešamo z isto količino vroče destilirane vode s temperaturo 50 °C. Vodno plast ohladimo na 20 °C, filtriramo in določimo pH vrednost.

V rezultatu moramo poudariti, da se pH vrednost nanaša na vodni ekstrakt kakavovega masla. Rezultat prikažemo kot srednjo vrednost dveh vzporednih določanj, zaokroženo na eno decimalno pH vrednosti.

Natančnost metode

Razlika med vzporednima določanjema, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 0,1 pH enote ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja, moramo določanje ponoviti.

2.2.17 Določanje kakavovih delcev v kakavovih izdelkih (iz količine celotnih alkaloidov)**Princip**

Alkaloida teobromin in kofein ekstrahiramo iz analiziranih vzorcev tako, da jih kuhamo z vodo. Balastne snovi oborimo s svinčevim acetatom, prebitek pa odstranimo z natrijevim bikarbonatom. V alikvotnem delu bistrega filtrata določimo celotno količino alkaloidov in jo izrazimo kot odstotek teobromina. Na podlagi količine teobromina izračunamo količino suhih nemaščobnih kakavovih delcev.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 2) spektrofotometer z UV območjem;
- 3) kremenove pipete z 1 cm debelo optično plastjo;
- 4) drug laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino bazičnega svinčevega acetata (z gostoto 1,23 g/ml): 30 g kristalnega svinčevega acetata ($\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) pomešamo z 10 g svinčevega oksida (PbO), dodamo 10 ml vode in ob mešanju segrevamo na vodni kopeli, dokler ne pobeli. Nato dodamo 90 ml vroče destilirane vode, pustimo v pokriti posodi, dokler se oborina ne usede, nato pa filtriramo in pri tem pazljivo držimo pokrit lij. Po potrebi tekočino razredčimo s sveže prekuhano destilirano vodo do ustrezne gostote;
- 2) natrijev hidrokarbonat (NaHCO_3), zdrobljen v terilnici;
- 3) 10 %-no (m/m) raztopino klorovodikove kisline;
- 4) teobromin.

PostopekEkstrakcija in bistrenje

Vzorec kakavovega izdelka stehtamo (po tabeli 7), z natančnostjo $\pm 0,1$ mg. V čašo s prostornino 250 ml dodamo približno 80 ml destilirane vode in nekaj kroglic zaradi enakomernega vrenja, segrevamo dokler ne zavre in pustimo vreti 5 min. Čašo odstranimo z gorilnika in ob mešanju postopno dodamo 4 ml raztopine bazičnega svinčevega acetata, nato pa vzorec kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 100 ml, ohladimo pod curkom vode in do oznake dopolnimo z destilirano vodo. Vsebino bučke premešamo in raztopino filtriramo skozi suh nabran filtrirni papir. Prvih 10 ml filtrata zavržemo, v 50 ml bistrega ali nekoliko motnega filtrata pa dodamo 0,5 g zdrobljenega natrijevega bikarbonata. Zmes močno premešamo, pri čemer se obori svinčev karbonat.

Raztopino ponovno filtriramo skozi suh naguban filtrirni papir, prvih 10 ml filtrata pa zavržemo.

Pred merjenjem na spektrofotometru moramo dobljeno bistro raztopino razredčiti, da dobimo ekstinkcijo v optimalnem območju.

V tabeli 7 so navedeni podatki za maso vzorca in ustrezna razredčenja za različne kakavove izdelke.

Ustrezno količino filtrata odmerimo s pipeto v merilno bučko s prostornino 100 ml (po tabeli 7), dodamo 0,5 ml 10 %-ne klorovodikove kisline, pomešamo, do oznake dopolnimo z destilirano vodo in nato dobro premešamo.

Tako pripravljena raztopina je pripravljena za spektrofotometriiranje.

Pa vsakem merjenju moramo poleg raztopine analiziranega vzorca narediti slepi poskus.

Tabela 7. Ustrezna razredčenja za različne kakavove izdelke glede na maso vzorca

Vrsta kakavovega izdelka	Približna količina teobromina (v %)	Masa vzorca za analizo (v g)	Količina filtrata, ki se dopolni do 100 ml (v ml)
Kakavova masa	1,5	1	5
Kakavov prah	2,5 do 3	1	3
Čokolada	0,6 do 1,1	3	5
Mlečna čokolada	0,1 do 0,2	3	10
Mlečna lešnikova čokolada	0,1 do 0,2	3	10
Čokoladni desert	0,2 do 0,3	3	10
Dietna hrana	0,3 do 1,0	3	5

Merjenje na spektrofotometru

Pripravljena raztopina vsebuje poleg teobromina in kofeina vedno še primesi, ki absorbirajo ultravijolične žarke. Zato ni dovolj, da merimo ekstinkcijo pri maksimumu absorpcije 272 nm, temveč moramo opraviti korekcijo in odčitamo ekstinkcijo na 305 nm (korekcija zaradi primesi).

Ista merjenja moramo opraviti tudi za slepi poskus.

Umeritvene krivulje

Za vsak spektrofotometer moramo najmanj enkrat narediti umeritveno krivuljo z raztopino čistega teobromina. Rezultirajoča krivulja je linearna.

Uporabljamo lahko npr. Beckmanov spektrofotometer.

Pri 272 nm daje raztopina 1,000 mg teobromina v 100 ml vode ekstinkcijo 0,565, iz česar dobimo faktor za preračunavanje teobromina:

$$\frac{1}{0,565} = 1,77$$

Izračunavanje

Celotne alkaloide izračunamo po formuli:

$$T = \frac{1,77 \cdot (A_{272} - A_{306}) \cdot 10}{a \cdot v} \cdot 0,95$$

kjer je:

A_{272} - ekstinkcija pri 272 nm;

A_{306} - ekstinkcija pri 306 nm;

a - masa vzorca za analizo v g;

v - prostornina filtrata, vzeta za razredčitev, v ml;

1,77 - faktor za preračunavanje na teobromin;

0,95 - faktor korekcije prostornine raztopine (izhlapela voda, ki jo dopolnimo prostorninsko, ne pa s tehtanjem mase);

T - celotni alkaloidi v vzorcu za analizo, izraženi kot odstotek teobromina.

Primer izračunavanja

$$A_{272} = 0,547$$

$$A_{306} = 0,027$$

$$A = 3,1000 \text{ g}$$

$$V = 5 \text{ ml}$$

$$T = \frac{1,77 \cdot (0,547 - 0,027)}{3,1000 \cdot 5} = 0,95$$

$$T = 0,56 \% \text{ teobromina}$$

Določanje suhih in nemaščobnih kakavovih delcev

Da bi v vzorcu kakavovega izdelka določiti suhe in nemaščobne kakavove delce, moramo določiti celotne alkaloide v vzorcu, ki ga analiziramo in v vzorcu kakavove mase.

Hkrati moramo določiti količino vlage in kakavovega masla v vzorcu kakavove mase.

Izračunavanje

$$KD = \frac{T_s}{T_m} \cdot 100 - (m + v)$$

kjer je:

T_s - celotni alkaloidi v vzorcu za analizo kot odstotek teobromina;

T_m - celotni alkaloidi v vzorcu kakavove mase kot odstotek teobromina;

m - količina kakavovega masla v vzorcu kakavove mase v %;

v - količina vode v vzorcu kakavove mase v %;

KD - suhi in nemaščobni kakavovi delci v vzorcu za analizo v %.

Primer izračunavanja

$T_s = 0,56 \%$

$T_m = 1,51 \%$

$M = 53,28 \%$

$V = 1,58 \%$

$$KD = \frac{0,56 \cdot 100}{1,51} - (53,28 + 1,58)$$

$$KD = 16,74 \%$$

Natančnost metode

Razlika med rezultatom dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravi po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 3 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 3 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.18 Določanje kislosti trdih bonbonov**Princip**

Zdrobljeni vzorec bonbonov raztopimo v vroči destilirani vodi, raztopino ohladimo in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) neglazirano porcelansko terilnico s pestilom;
- 2) tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 3) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagentna:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l;
- 2) mešani indikator pH vrednosti od 0,2 do 1,8 v kislem območju in od 7 do 8,8 v alkalnem območju.

Mešani indikator pripravimo takole:

a) v terilnici zdrobimo krezol rdeče in ga 0,1 g odtehtamo v merilno bučko s prostornino 100 ml, dodamo 2,65 ml raztopine natrijevega hidroksida ter do oznake dopolnimo z destilirano vodo;

b) v terilnici zdrobimo timol modrilo in ga odtehtamo 0,3 g, dodamo 4,65 ml raztopine natrijevega hidroksida ter do 300 ml dopolnimo z destilirano vodo.

Ti dve raztopini pomešamo in tako dobimo mešani indikator.

Postopek

Bonbone dobro zdrobimo v terilnici in jih 3 g z natančnostjo $\pm 0,1$ mg odtehtamo v merilno bučko s prostornino 250 ml. Dodamo vročo destilirano vodo, da bi se vzorec bonbonov raztopil, ohladimo in do oznake dopolnimo z destilirano vodo. S pipeto odmerimo 100 ml te raztopine v erlenmajerico s prostornino 250 ml, dodamo tri kapljice mešanega indikatorja in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne preide barva v intenzivno modro.

Izračunavanje

Kislost trdih bonbonov izražamo v odstotkih ustrezne kisline, izračunamo pa jo po formuli:

$$K (\%) = \frac{a \cdot f \cdot 2,5 \cdot F}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a - prostornina natrijevega hidroksida, c (NaOH) = 0,1 mol/l, porabljen za titracijo, v ml;

c - masa vzorca za analizo v g;

K - kislost trdih bonbonov v odstotkih ustrezne kisline;

F - faktor korekcije koncentracije;

f - faktor za preračunavanje - za citronsko kislino:

1 ml raztopine natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l ustreza 0,0064 g;

- za vinsko kislino:

1 ml raztopine natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l ustreza 0,0075 g;

- za jabolčno kislino:

1 ml raztopine natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l ustreza 0,0067 g.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.19 Določanje škroba po Ewersu - polarimetrijska metoda

Princip

Škrob kaže visoko optično aktivnost, zaradi česar ga določamo polarimetrijsko, ko ga poprej spremenimo v topno stanje - z hidrolizo s kislino.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) vodno kopel;
- 2) polarimeter: kot svetlobni vir uporabljamo natrijevo svetilko ali živosrebrovo svetilko.

Če uporabljamo živosrebrovo svetilko, preračunamo dobljene vrednosti na natrijevo D črto tako, da jih pomnožimo s faktorjem 0,8492;

- 3) tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 4) običajen laboratorijski pribor.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino klorovodikove kisline 1,125 % (m/m) oziroma $c(\text{HCl}) = 0,31$ mol/l. V merilno bučko s prostornino 1000 ml odmerimo 26,6 ml 36 %-ne klorovodikove kisline (z gostoto 1,18 g/ml) ter do oznake dopolnimo z destilirano vodo.

Zaželeno je, da delamo s svežo raztopino in da koncentracijo kontroliramo s titracijo s 25 ml natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l ob metilenskem rdečilu kot indikatorju;

- 2) 4 %-no (m/V) raztopino fosfovolframove kisline.

Priprava vzorca

Če gre za vzorec, ki vsebuje topne ogljikove hidrate, maščobe ali vosek, ga moramo pripraviti takole: 5 g vzorca, ki smo jih odtehtali z natančnostjo $\pm 0,01$ g, kvantitativno prenesemo v Büchnerjev lij, katerega dno je prekrito s suhim filtrirnim papirjem, ki je tako izrezan, da dobro prekriva dno in se prilega stranem lija. Filtrirni papir poprej ovlažimo z nekaj kapljicami destilirane vode.

Vzorec v liju petkrat izperemo s po 50 ml destilirane vode s temperaturo od 40 do 50 °C - s sesanjem prek sesalne buče.

Nato ga trikrat izperemo s po 50 ml alkohola in na enak način z etrom.

Ohlajeno maso kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 100 ml in ravnamo kot pod a).

Postopek

a) V merilno bučko s prostornino 100 ml odtehtamo s pomočjo lija 5 g vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg ter z batno pipeto dodamo 25 ml 1,124 %-ne (m/m) klorovodikove kisline, dobro stresemo, da odstranimo morebitne kepice in z novimi 25 ml iste kisline izperemo lij in vrat bučke. Pazljivo premešamo in bučko potopimo v vrelo vodno kopel s tako zmogljivostjo, da voda po potopitvi bučke ne neha vreti.

Če voda neha vreti, računamo vrenje od trenutka, ko začne ponovno vreti (maksimum 1 min).

Bučka mora biti potopljena v vodno kopel natančno 15 min. Temperatura kopeli mora biti 95 °C, kar kontroliramo s potopljenim termometrom. V prvih treh minutah bučko nekajkrat pazljivo stresemo, vendar je ne smemo vzeti iz vode.

Po natančno 15 min vzamemo bučko iz vodne kopeli, dodamo približno 10 ml hladne destilirane vode in jo pod curkom hladne vode ohladimo na 20 °C. Dodamo 10 ml fosfovolframove kisline, do oznake dopolnimo z destilirano vodo, premešamo in po nekaj minutah (dokler se oborina ne usede) filtriramo skozi suh filtrirni papir (modri trak ali drug filtrirni papir z ustrezno poroznostjo). Prve kapljice filtrata odstranimo.

Filtrat mora biti popolnoma bister, sučni kot pa določimo takoj.

Izračunavanje

$$\text{škrob (\%)} = \frac{100 \cdot d \cdot 100}{l \cdot A \cdot c}$$

kjer je:

d - odčitani sučni kot v stopinjah;

A - specifični zasuk v stopinjah;

l - dolžina polarimetrijske cevi v dm;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v µg.

Primer izračunavanja

d = 13,5 °

A = 182,7 °

l = 2 dm

c = 5,00 µg

$$\text{škrob (\%)} = \frac{100 \cdot 13,5 \cdot 100}{2 \cdot 182,7 \cdot 5,00} = 73,90 \%$$

Specifični zasuk je za posamezne vrste škroba naslednji:

pšenica	182,7 °	koruza	184,6 °
ječmen	181,5 °	oves	181,3 °
krompir	185,5 °	riž	185,9 °
rž	184,0 °		

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 1,5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 1,5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.20 Določanje topnih sestavin v gumijastih bonbonih**Princip**

Metoda temelji na mehaničnem tretiranju gumijastih bonbonov v topli vodi, pri čemer topne sestavine odstranimo, netopne pa po izpiranju in sušenju stehtamo.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) tehtnico z natančnostjo ± 0,1 mg;
- 2) sušilnik;
- 3) eksikator s sušivom;
- 4) običajen laboratorijski pribor.

Postopek

V čašo s prostornino 150 ml s palčko odtehtamo 10 g vzorca z natančnostjo $\pm 0,1$ mg (poprej moramo čašo s palčko sušiti v sušilniku pri temperaturi 105 °C do konstantne mase). Dodamo 50 ml tople destilirane vode s temperaturo od 40 do 60 °C in razmehčan vzorec ter 40 s gnetemo s stekleno palčko. Nato vodo odlijemo, pri tem pa pazimo, da ne odlijemo delcev vzorca. Potem postopek izpiranja na enak način še 15-krat ponovimo.

Po petnajstem izpiranju sušimo čašo s palčko in netopnimi sestavinami 4 h v sušilniku pri temperaturi 105 °C. Nato jo ohladimo v eksikatorju in stehtamo.

Izračunavanje

Količino topnih sestavin izračunamo po formuli:

$$TS = 100 - NS$$

$$NS = \frac{a}{c} \cdot 100$$

kjer je:

TS - količina topnih sestavin v %;

NS - količina netopnih sestavin v %;

a - masa netopnih sestavin v g;

c - masa vzorca, vzetega za analizo, v g.

Gumijaste bonbone moramo zaradi njihove hidroskopsnosti hitro stehtati.

Temperaturo vode moramo naravnati na 40 do 60 °C; tako da ni niti nižja niti višja od te vrednosti, ker se gumijasti bonboni v prvem primeru ne bodo zmehčali, v drugem primeru pa bodo razpadli.

Natančnost metode

Razlika med rezultatom dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravil, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

2.2.21 Določanje natrijevega klorida v trajnem slanem pecivu po Mohru**Princip**

Natrijev klorid ekstrahiramo z vodo iz gotovega izdelka in titriramo z raztopino srebrovega nitrata.

Pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) analitsko tehtnico z natančnostjo $\pm 0,1$ mg;
- 2) merilne bučke s prostornino 100 ml;
- 3) birete s prostornino 50 ml;
- 4) naguban filtrirni papir;
- 5) čašo s prostornino 100 ml;
- 6) steklen lij s premerom 10 cm;
- 7) erlenmajerico s prostornino 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino indikatorja: hladno nasičeno raztopino kalijevega kromata (K_2CrO_4);
- 2) raztopino srebrovega nitrata, $c (AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 3) raztopino natrijevega hidroksida, $c (NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 4) raztopino natrijevega hidroksida, $c (NaOH) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Postopek

Od pripravljenega zdrobljenega vzorca odtehtamo 2 g z natančnostjo $\pm 0,1 \text{ mg}$ v čašo s prostornino 100 ml, kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 100 ml, čašo pa izperemo s 30 do 40 ml destilirane vode. Vse dobro premešamo in bučko za 15 min postavimo v vrelo vodo. Nato jo ohladimo pod curkom hladne vode, vsebino do oznake dopolnimo ter filtriramo. Nato 25 ml bistrega filtrata odmerimo s pipeto v erlenmajerico s prostornino 100 ml.

Če filtrat z lakmusovim papirjem reagira kislo, ga moramo pazljivo nevtralizirati z razredčeno raztopino natrijevega hidroksida, $c (NaOH) = 0,01 \text{ mol/l}$. Filtratu dodamo dve kapljici nasičene raztopine kalijevega kromata (kot indikatorja) in titriramo z raztopino $c (AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, dokler ne postane rdečkaste barve.

Izračunavanje

Natrijev klorid izražamo v odstotkih (m/m), izračunamo pa ga po formuli:

$$\text{natrijev klorid (\%)} = \frac{4 \cdot a \cdot 0,0058 \cdot F}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a = prostornina porabljene raztopine srebrovega nitrata v ml;

c = masa vzorca, vzeta za analizo, v g.

1 ml raztopine srebrovega nitrata $c (AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ ustreza 0,0058 g NaOH;

F = faktor koncentracije.

Natančnost metode

Razlika med rezultatoma dveh vzporednih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, na istem vzorcu za analizo, opravi, po isti metodi in v istem laboratoriju, isti analitik, ne sme biti večja od 5 % ugotovljene srednje vrednosti (relativna disperzija).

Če je razlika večja od 5 %, moramo postopek ponoviti.

Seznam I

Pribor in embalaža za jemanje vzorcev kakavovih izdelkov, čokoladi podobnih izdelkov, bonbonskih izdelkov, kremnih izdelkov, keksov in keksom sorodnih izdelkov:

- 1) ročna sonda - za jemanje vzorcev zrnatih in praškastih snovi iz vreč;
- 2) podaljšana sonda (vagonka) - za jemanje vzorcev zrnatih izdelkov v razsutem stanju iz vagonov, ladij in skladišč;
- 3) sonda po Novu - za jemanje vzorcev zrnate strukture pri prekladanju, če gre za prekladanje v obliki curka;
- 4) sonda za mast, žlebasta, za jemanje vzorcev masti iz sodov in podobno;
- 5) kovinska lopatica;
- 6) kuhinjski nož;

- 7) navadne škarje, skalpel, pinceta;
- 8) povečevalno steklo;
- 9) kovinski pečat pristojnega upravnega organa;
- 10) steklenice (bele medicinske) s prostornino 500 ml in plutastim zamaškom;
- 11) steklenice s širokim vratom s prostornino 500 ml in plutastim zamaškom ali drugim primernim zamaškom;
- 12) steklenice s prostornino 100 ml s širokim vratom in ustreznim zamaškom;
- 13) plutasti zamaški raznih velikosti;
- 14) pergamentni papir v polah;
- 15) plastične in aluminijske folije;
- 16) papirnate vrečke za pakiranje mase 0'5, 1, 2 in 3 kg;
- 17) vrečke iz plastičnih mas za pakiranje mase 0'5, 1, 2 in 3 kg;
- 18) zavijalni papir v polah;
- 19) vezalna vrstica, tanjša in debelejša;
- 20) kartonska škatla;
- 21) pečatni vosek ali plomba z žigom;
- 22) špiritna svetilka, sveča ali majhen butanski gorilnik;
- 23) špirit za gorivo;
- 24) nalepke (etikete) raznih velikosti - samolepilne;
- 25) platnene vrečke za pakiranje mase 2 in 5 kg.

Tabela 8: Določanje reducirajočih sladkorjev po Luff-Schoorlu

(a-b)	Invertni sladkor	Anhidrid laktoze	Maltoza
mg	mg	mg	mg
1,0	2,4	3,6	3,9
1,1	2,6	4,0	4,3
1,2	2,9	4,3	4,7
1,3	3,1	4,7	5,1
1,4	3,4	5,1	5,5
1,5	3,6	5,5	5,9
1,6	3,8	5,8	6,2
1,7	4,1	6,2	6,6
1,8	4,3	6,6	7,0
1,9	4,6	6,9	7,4
2,0	4,8	7,3	7,8
2,1	5,0	7,7	8,2
2,2	5,3	8,0	8,6
2,3	5,5	8,4	9,0
2,4	5,8	8,8	9,4
2,5	6,0	9,2	9,8
2,6	6,2	9,5	10,1
2,7	6,5	9,9	10,5
2,8	6,7	10,3	10,9
2,9	7,0	10,6	11,3

(a-b)	Invertni sladkor	Anhidrid laktoze	Maltoza
3,0	7,2	11,0	11,7
3,1	7,5	11,4	12,1
3,2	7,7	11,7	12,5
3,3	8,0	12,1	12,9
3,4	8,2	12,5	13,3
3,5	8,5	12,9	13,7
3,6	8,7	13,2	14,0
3,7	9,0	13,6	14,4
3,8	9,2	14,0	14,8
3,9	9,5	14,3	15,2
4,0	9,7	14,7	15,6
4,1	10,0	15,1	16,0
4,2	10,2	15,4	16,4
4,3	10,5	15,8	16,8
4,4	10,7	16,2	17,2
4,5	11,0	16,6	17,6
4,6	11,2	16,9	18,0
4,7	11,5	17,3	18,4
4,8	11,7	17,7	18,8
4,9	12,0	18,0	19,2
5,0	12,2	18,4	19,6
5,1	12,5	18,8	20,0
5,2	12,7	19,1	20,4
5,3	13,0	19,5	20,8
5,4	13,2	19,9	21,2
5,5	13,5	20,3	21,6
5,6	13,7	20,6	21,9
5,7	14,0	21,0	22,3
5,8	14,2	21,4	22,7
5,9	14,5	21,7	23,1
6,0	14,7	22,1	23,5
6,1	15,0	22,5	23,9
6,2	15,2	22,8	24,3
6,3	15,5	23,2	24,7
6,4	15,7	23,6	25,1
6,5	16,0	24,0	25,5
6,6	16,2	24,3	25,9
6,7	16,5	24,7	26,3
6,8	16,7	25,1	26,7
6,9	17,0	25,4	27,1
7,0	17,2	25,8	27,5

(a-b)	Invertni sladkor	Anhidrid laktoze	Maltoza
7,1	17,5	26,2	27,9
7,2	17,7	26,5	28,3
7,3	18,0	26,9	28,7
7,4	18,2	27,3	29,1
7,5	18,5	27,7	29,5
7,6	18,8	28,0	29,9
7,7	19,0	28,4	30,3
7,8	19,3	28,8	30,7
7,9	19,5	29,1	31,1
8,0	19,8	29,5	31,5
8,1	20,1	29,9	31,9
8,2	20,3	30,2	32,3
8,3	20,6	30,6	32,7
8,4	20,8	31,0	33,1
8,5	21,1	31,4	33,5
8,6	21,4	31,7	33,9
8,7	21,6	32,1	34,3
8,8	22,9	32,5	34,7
8,9	22,1	32,8	35,1
9,0	22,4	33,2	35,5
9,1	22,7	33,6	35,9
9,2	22,9	34,0	36,3
9,3	23,2	34,3	36,7
9,4	23,4	34,7	37,1
9,5	23,7	35,1	37,5
9,6	24,0	35,5	37,9
9,7	24,2	35,9	38,3
9,8	24,6	36,2	38,7
9,9	24,7	36,6	39,1
10,0	25,0	37,0	39,5
10,1	25,3	37,4	39,9
10,2	25,5	37,8	40,3
10,3	25,8	38,1	40,7
10,4	26,0	38,5	41,1
10,5	26,3	38,9	41,5
10,6	26,6	39,3	41,9
10,7	26,8	39,7	42,3
10,8	27,1	40,0	42,7
10,9	27,3	40,4	43,1
11,0	27,6	40,8	43,5
11,1	27,9	41,2	43,9

(a-b)	Invertni sladkor	Anhidrid laktoze	Maltoza
11,2	28,1	41,6	44,3
11,3	28,4	41,9	44,7
11,4	28,7	42,3	45,1
11,5	29,0	42,7	45,5
11,6	29,2	43,1	45,9
11,7	29,5	43,5	46,3
11,8	29,8	43,8	46,7
11,9	30,0	44,2	47,1
12,0	30,3	44,6	47,5
12,1	30,6	45,0	47,9
12,2	30,8	45,4	48,3
12,3	31,1	45,7	48,7
12,4	31,4	46,1	49,1
12,5	31,7	46,5	49,6
12,6	31,9	46,9	50,0
12,7	32,2	47,3	50,4
12,8	32,5	47,6	50,8
12,9	32,7	48,0	51,2
13,0	33,0	48,4	51,6
13,1	33,3	48,8	52,0
13,2	33,5	49,2	52,4
13,3	33,8	49,5	52,8
13,4	34,1	49,9	53,2
13,5	34,4	50,9	53,7
13,6	34,6	50,7	54,1
13,7	34,9	51,1	54,5
13,8	35,2	51,4	54,9
13,9	35,4	51,8	55,3
14,0	35,7	52,2	55,7
14,1	36,0	52,6	56,1
14,2	36,3	53,0	56,5
14,3	36,5	53,3	56,9
14,4	36,8	53,7	57,3
14,5	37,1	54,1	57,8
14,6	37,4	54,5	58,2
14,7	37,7	54,9	58,6
14,8	37,9	55,2	59,0
14,9	38,2	55,6	59,4
15,0	38,5	56,0	59,8
15,1	38,8	56,4	60,2
15,2	39,1	56,8	60,6

(a-b)	Invertni sladkor	Anhidrid laktoze	Maltoza
15,3	39,3	57,2	61,0
15,4	39,6	57,6	61,4
15,5	39,9	58,0	61,9
15,6	40,2	58,3	62,3
15,7	40,5	58,7	62,7
15,8	40,7	59,1	63,1
15,9	41,0	59,5	63,5
16,0	41,3	59,9	63,9
16,1	41,6	60,3	64,3
16,2	41,9	60,7	64,7
16,3	42,2	61,1	65,1
16,4	42,5	61,5	65,5
16,5	42,8	61,9	66,0
16,6	43,0	62,2	66,4
16,7	43,3	62,6	66,8
16,8	43,6	63,0	67,2
16,9	43,9	63,4	67,6
17,0	44,2	63,8	68,0
17,1	44,5	64,2	68,4
17,2	44,8	64,6	68,8
17,3	54,1	65,0	69,3
17,4	54,4	65,4	69,7
17,5	45,7	65,8	70,1
17,6	45,9	66,1	70,5
17,7	46,2	66,5	70,9
17,8	46,5	66,9	71,4
17,9	46,8	67,3	71,8
18,0	47,1	67,7	72,2
18,1	47,4	68,1	72,6
18,2	47,7	68,5	73,1
18,3	48,0	68,9	73,5
18,4	48,3	69,3	73,9
18,5	48,6	69,7	74,4
18,6	48,8	70,1	74,8
18,7	49,1	70,5	75,2
18,8	49,4	70,9	75,6
18,9	49,7	71,3	76,1
19,0	50,0	71,7	76,5
19,1	50,3	72,1	76,9
19,2	50,6	72,5	77,4
19,3	50,9	72,9	77,8

(a-b)	Invertni sladkor	Anhidrid laktoze	Maltoza
19,4	51,2	73,3	78,2
19,5	51,5	73,7	78,7
19,6	51,8	74,1	79,1
19,7	52,1	74,5	79,6
19,8	52,4	74,9	80,0
19,9	52,7	75,3	80,5
20,0	53,0	75,7	80,9
20,1	53,3	76,1	81,4
20,2	53,6	76,5	81,8
20,3	53,9	76,9	82,3
20,4	54,2	77,3	82,7
20,5	54,5	77,8	83,2
20,6	54,8	78,2	83,6
20,7	55,1	78,6	84,1
20,8	55,4	79,0	84,5
20,9	55,7	79,4	85,0
21,0	56,0	79,8	85,4
21,1	56,3	80,2	85,9
21,2	56,6	80,6	86,3
21,3	56,9	81,0	86,8
21,4	57,2	81,4	87,2
21,5	57,6	81,9	87,7
21,6	57,9	82,3	88,2
21,7	58,2	82,7	88,6
21,8	58,5	83,1	89,1
21,9	58,8	83,5	89,5
22,0	59,1	83,9	90,0
22,1	59,4	84,3	90,5
22,2	59,7	84,7	90,9
22,3	60,0	85,1	91,4
22,4	60,3	85,5	91,8
22,5	60,7	86,0	92,3
22,6	61,0	86,4	92,8
22,7	61,3	86,8	93,2
22,8	61,6	87,2	93,7
22,9	61,9	87,6	94,1
23,0	62,2	88,0	94,6

Tabela 9. Določanje deleža etanola v mešanici etanol-voda iz gostote pri 20°/20 °C - po K. Rauscherju in J. Voigtu [50]

ρ	Etanol prostornina			ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³		% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
0,9999	0,06	0,07	0,05	0,9959	2,22	2,80	2,21
8	0,11	0,13	0,11	ρ	Etanol prostornina		
7	0,16	0,20	0,16		% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
6	0,21	0,27	0,21	8	2,28	2,88	2,27
5	0,27	0,34	0,27	7	2,34	2,95	2,33
4	0,32	0,40	0,32	6	2,40	3,02	2,38
3	0,37	0,47	0,37	5	2,45	3,09	2,44
2	0,43	0,54	0,43	4	2,50	3,16	2,49
1	0,48	0,61	0,48	3	2,56	3,23	2,55
0	0,53	0,67	0,53	2	2,62	3,30	2,61
0,9989	0,59	0,74	0,58	1	2,68	3,37	2,66
8	0,64	0,81	0,64	0	2,73	3,44	2,72
7	0,70	0,88	0,69	0,9949	2,79	3,52	2,78
6	0,75	0,94	0,74	8	2,85	3,59	2,83
5	0,80	1,01	0,80	7	2,91	3,66	2,89
4	0,86	1,08	0,85	6	2,97	3,73	2,94
3	0,91	1,15	0,90	5	3,02	3,80	3,00
2	0,96	1,21	0,96	4	3,08	3,87	3,06
1	1,01	1,28	1,01	3	3,14	3,95	3,12
0	1,07	1,35	1,06	2	3,20	4,02	3,17
0,9979	1,13	1,42	1,12	1	3,26	4,10	3,23
8	1,18	1,49	1,17	0	3,32	4,17	3,29
7	1,24	1,56	1,23	0,9939	3,37	4,24	3,35
6	1,29	1,62	1,28	8	3,43	4,32	3,41
5	1,34	1,69	1,34	7	3,49	4,39	3,47
4	1,40	1,76	1,39	6	3,55	4,47	3,52
3	1,45	1,83	1,45	5	3,61	4,54	3,58
2	1,51	1,90	1,50	4	3,67	4,62	3,64
1	1,56	1,97	1,55	3	3,73	4,69	3,70
0	1,62	2,04	1,61	2	3,79	4,76	3,76
0,9969	1,67	2,11	1,66	1	3,85	4,84	3,82
8	1,73	2,18	1,72	0	3,91	4,91	3,87
7	1,78	2,24	1,77	0,9929	3,97	4,99	3,93
6	1,83	2,31	1,83	8	4,03	5,06	3,99
5	1,89	2,38	1,88	7	4,09	5,14	4,14
4	1,94	2,45	1,94	6	4,15	5,21	4,11
3	2,00	2,52	1,99	5	4,21	5,29	4,17
2	2,06	2,59	2,05	4	4,27	5,36	4,23
1	2,11	2,66	2,10	3	4,34	5,44	4,29
0	2,17	2,73	2,16	2	4,40	5,51	4,35

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
1	4,46	5,59	4,41
0	4,52	5,67	4,47
0,9919	4,58	5,74	4,53
8	4,64	5,82	4,59
7	4,70	5,89	4,65
6	4,76	5,97	4,71
5	4,82	6,04	4,77
4	4,88	6,12	4,83
3	4,94	6,19	4,89
2	5,00	6,27	4,95
1	5,07	6,35	5,01
0	5,13	6,43	5,00
0,9909	5,19	6,50	5,13
8	5,25	6,50	5,19
7	5,32	6,66	5,26
6	5,38	6,74	5,32
5	5,44	6,81	5,33
4	5,50	6,89	5,44
3	5,56	6,97	5,50
2	5,62	7,05	5,56
1	5,68	7,12	5,62
0	5,75	7,20	5,68
0,9899	5,82	7,28	5,75
8	5,88	7,36	5,81
7	5,94	7,43	5,87
6	6,00	7,51	5,93
5	6,07	7,59	5,99
4	6,13	7,67	6,05
3	6,20	7,75	6,12
2	6,26	7,83	6,18
1	6,32	7,91	6,24
0	6,39	7,99	6,31
0,9889	6,45	8,07	6,37
8	6,52	8,15	6,43
7	6,59	8,24	6,50
6	6,66	8,32	6,56
5	6,72	8,40	6,62
4	6,78	8,48	6,69
3	6,85	8,56	6,75
2	6,91	8,64	6,81
1	6,98	8,72	6,88
0	7,04	8,80	6,94

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
0,9879	7,11	8,88	7,01
8	7,18	8,96	7,07
7	7,25	9,05	7,14
6	7,31	9,13	7,20
5	7,38	9,21	7,27
4	7,44	9,29	7,27
3	7,51	9,37	7,40
2	7,58	9,46	7,46
1	7,64	9,54	7,53
0	7,71	9,62	7,59
0,9869	7,77	9,70	7,66
8	7,84	9,78	7,72
7	7,91	9,87	7,79
6	7,98	9,95	7,85
5	8,04	10,03	7,92
4	8,11	10,11	7,99
3	8,18	10,20	8,05
2	8,24	10,28	8,12
1	8,31	10,37	8,19
0	8,38	10,45	8,25
0,9859	8,45	10,54	8,32
8	8,52	10,62	8,39
7	8,59	10,71	8,45
6	8,66	10,79	8,52
5	8,73	10,88	8,59
4	8,80	10,96	8,65
3	8,87	11,05	8,72
2	8,94	11,13	8,79
1	9,01	11,22	8,85
0	9,08	11,30	8,92
0,9849	9,15	11,39	8,99
8	9,21	11,47	9,06
7	9,28	11,56	9,12
6	9,35	11,64	9,19
5	9,42	11,73	9,26
4	9,49	11,81	9,33
3	9,56	11,90	9,40
2	9,63	11,99	9,46
1	9,70	12,07	9,53
0	9,77	12,16	9,60
0,9839	9,84	12,24	9,67
8	9,91	12,33	9,73

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
7	9,98	12,41	9,80
6	10,05	12,50	9,87
5	10,12	12,59	9,94
4	10,20	12,68	10,01
3	10,27	12,77	10,08
2	10,34	12,86	10,15
1	10,42	12,95	10,22
0	10,49	13,04	10,29
0,9829	10,56	13,13	10,36
8	10,63	13,21	10,43
7	10,70	13,30	10,50
6	10,78	13,39	10,57
5	10,85	13,48	10,64
4	10,93	13,57	10,71
3	11,00	13,66	10,78
2	11,08	13,75	10,85
1	11,15	13,84	10,92
0	11,22	13,93	10,99
0,9819	11,29	14,02	11,06
8	11,37	14,11	11,14
7	11,44	14,20	11,21
6	11,51	14,29	11,28
5	11,59	14,38	11,35
4	11,66	14,47	11,42
3	11,73	14,56	11,49
2	11,81	14,65	11,57
1	11,88	14,74	11,64
0	11,95	14,83	11,71
0,9809	12,03	14,92	11,78
8	12,10	15,01	11,85
7	12,18	15,10	11,92
6	12,25	15,19	12,00
5	12,33	15,29	12,07
4	12,41	15,38	12,14
3	12,48	15,47	12,21
2	12,55	15,56	12,29
1	12,63	15,65	12,36
0	12,70	15,74	12,43
0,9799	12,77	15,84	12,50
8	12,86	15,93	12,58
7	12,93	16,02	12,65
6	13,01	16,11	12,72

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
5	13,08	16,20	12,79
4	13,16	16,30	12,87
3	13,24	16,39	12,94
2	13,31	16,48	13,01
1	13,39	16,58	13,09
0	13,47	16,67	13,16
0,9789	13,54	16,76	13,23
8	13,61	16,85	13,30
7	13,59	16,95	13,38
6	13,77	17,04	13,45
5	13,84	17,13	13,45
4	13,92	17,23	13,60
3	14,00	17,32	13,67
2	14,08	17,41	13,74
1	14,16	17,51	13,82
0	14,23	17,60	13,89
0,9779	14,31	17,70	13,97
8	14,39	19,79	14,04
7	14,46	17,88	14,12
6	14,54	17,98	14,19
5	14,02	18,07	14,27
4	14,69	18,16	14,34
3	14,77	18,26	14,42
2	14,85	18,35	14,49
1	14,93	18,45	14,57
0	15,01	18,54	14,64
0,9769	15,08	18,63	14,71
8	15,15	18,73	14,79
7	15,24	18,82	14,86
6	15,32	18,91	14,93
5	15,40	19,01	15,01
4	15,47	19,10	15,08
3	15,54	19,19	15,15
2	15,62	19,28	15,22
1	15,70	19,38	15,30
0	15,78	19,47	15,37
0,9759	15,85	19,56	15,44
8	15,93	19,66	15,52
7	16,01	19,75	15,59
6	16,08	19,84	15,66
5	16,16	19,93	15,74
4	16,23	20,02	15,81

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
3	16,31	20,12	15,88
2	16,39	20,21	15,96
1	16,46	20,30	16,03
0	16,54	20,39	16,10
0,9749	16,61	20,48	16,16
8	16,69	20,57	16,25
7	16,77	20,67	16,32
6	16,85	20,76	16,39
5	16,92	20,85	16,47
4	16,99	20,94	16,54
3	17,07	21,03	16,61
2	17,15	21,13	16,68
1	17,23	21,22	16,76
0	17,30	21,31	16,83
0,9739	17,38	21,41	16,90
8	17,46	21,50	16,97
7	17,53	21,59	17,05
6	17,61	21,68	17,12
5	17,69	21,78	17,19
4	17,77	21,87	17,26
3	17,84	21,96	17,34
2	17,93	22,06	17,41
1	18,00	22,15	17,48
0	18,08	22,24	17,55
0,9729	18,15	22,23	17,62
8	18,23	22,42	17,70
7	18,30	22,51	17,77
6	18,38	22,60	17,84
5	18,45	22,69	17,91
4	18,53	22,78	17,98
3	18,61	22,88	18,06
2	18,68	22,97	18,13
1	18,76	23,06	18,20
0	18,83	23,15	18,27
0,9719	18,91	23,24	18,35
8	18,98	23,33	18,42
7	19,06	23,42	18,49
6	19,14	23,51	18,56
5	19,21	23,60	18,63
4	19,29	23,69	18,70
3	19,36	23,78	18,77
2	19,44	23,87	18,84

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
1	19,51	23,96	18,91
0	19,58	24,04	18,98
0,9709	29,66	24,13	19,05
8	19,73	24,22	19,12
7	19,81	24,31	19,19
6	19,88	24,40	19,26
5	19,96	24,49	19,33
4	20,03	24,58	19,40
3	20,11	24,67	19,47
2	20,18	24,75	19,54
1	20,25	24,84	19,61
0	20,32	24,93	19,68
0,9699	20,40	25,02	19,75
8	20,47	25,10	19,82
7	20,54	25,19	19,89
6	20,62	25,28	19,95
5	20,69	25,36	20,02
4	20,76	25,45	20,09
3	20,84	25,54	20,16
2	20,91	25,63	20,23
1	20,98	25,71	20,30
0	21,06	25,80	20,37
0,9689	21,13	25,89	20,44
8	21,20	25,97	20,50
7	21,27	26,06	20,57
6	21,34	26,14	20,64
5	21,42	26,23	20,71
4	21,49	26,31	20,77
3	21,56	26,40	20,84
2	21,63	26,48	20,91
1	21,70	26,57	20,97
0	21,77	26,65	21,04
0,9679	21,85	26,74	21,11
8	21,92	26,82	21,18
7	21,99	26,91	21,24
6	22,06	26,99	21,31
5	22,13	27,07	21,38
4	22,20	27,16	21,44
3	22,27	27,24	21,51
2	22,34	27,32	21,57
1	22,41	27,41	21,64
0	22,48	27,49	21,70

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
0,9669	22,55	27,57	21,77
8	22,62	27,66	21,84
7	22,69	27,74	21,90
6	22,77	27,83	21,97
5	22,84	27,91	22,03
4	22,91	27,99	22,10
3	22,98	28,08	22,16
2	23,05	28,16	22,23
1	23,12	28,24	22,29
0	23,19	28,32	22,36
0,9659	23,26	28,41	22,42
8	23,33	28,49	22,49
7	23,40	28,57	22,55
6	23,46	28,65	22,62
5	23,53	28,73	22,68
4	23,60	28,82	22,74
3	23,67	28,90	22,81
2	23,74	28,98	22,87
1	23,81	29,06	22,94
0	23,88	29,15	23,00
0,9649	23,95	29,23	23,07
8	24,02	29,31	23,13
7	24,09	29,39	23,19
6	24,16	29,47	23,26
5	24,23	29,55	23,32
4	24,30	29,63	23,38
3	24,36	29,71	23,45
2	24,43	29,79	23,51
1	24,50	29,87	23,57
0	24,56	29,94	23,64
0,9639	24,63	30,02	23,70
8	24,70	30,10	23,76
7	24,77	30,18	23,83
6	24,83	30,26	23,89
5	24,90	30,34	23,95
4	24,97	30,42	24,02
3	25,04	30,50	24,08
2	25,11	30,58	24,14
1	25,17	30,65	24,20
0	25,23	30,73	24,26
0,9629	25,30	30,81	24,32
8	25,37	30,89	24,38

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
7	25,43	30,96	24,44
6	25,50	31,04	24,50
5	25,57	31,12	24,57
4	25,64	31,20	24,63
3	25,70	31,27	24,69
2	25,77	31,35	24,75
1	25,83	31,43	24,81
0	25,90	31,51	24,87
0,9619	25,96	31,58	24,93
8	26,03	31,66	24,99
7	26,09	31,73	25,05
6	26,16	31,81	25,11
5	26,22	31,88	25,17
4	26,29	31,96	25,23
3	26,35	32,03	25,28
2	26,42	32,11	25,34
1	26,48	32,18	25,40
0	26,55	32,26	25,46
0,9609	26,61	32,33	25,52
8	26,67	32,40	25,58
7	26,74	32,48	25,64
6	26,80	32,55	25,70
5	26,86	32,63	25,75
4	26,92	32,70	25,81
3	26,99	32,78	25,87
2	27,05	32,85	25,93
1	27,12	32,92	25,99
0	27,18	33,00	26,05
0,9599	27,24	33,07	26,10
8	27,30	33,14	26,16
7	27,37	33,22	26,22
6	27,43	33,29	26,28
5	27,50	33,36	26,34
4	27,56	33,44	26,39
3	27,62	33,51	26,45
2	27,68	33,58	26,51
1	27,75	33,66	26,57
0	27,81	33,73	26,63
0,9589	27,87	33,80	26,68
8	27,94	33,88	26,74
7	28,00	33,95	26,80
6	28,06	34,02	26,86

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
5	28,13	34,09	26,91
4	28,19	34,16	26,97
3	28,25	34,23	27,02
2	28,32	34,31	27,08
1	28,38	34,38	27,14
0	28,44	34,45	27,19
0,9579	28,50	34,52	27,25
8	28,56	34,59	27,30
7	28,62	34,66	27,36
6	28,68	34,73	27,41
5	28,74	34,80	27,47
4	28,81	34,88	27,53
3	28,87	34,95	27,58
2	28,93	35,02	27,64
1	28,99	35,09	27,69
0	29,05	35,16	27,75
0,9569	29,11	35,23	27,81
8	29,15	35,30	27,86
7	29,23	35,37	27,92
6	29,30	35,44	27,93
5	29,36	35,51	28,03
4	29,42	35,58	28,08
3	29,48	35,65	28,14
2	29,54	35,72	28,19
1	29,60	35,78	28,25
0	29,66	35,85	28,30
0,9559	29,72	35,92	28,36
8	29,78	35,99	28,41
7	29,84	36,06	28,47
6	29,90	36,13	28,52
5	29,96	36,20	28,58
4	30,02	36,27	28,63
3	30,08	36,34	28,68
2	30,14	36,40	28,74
1	30,20	36,47	28,79
0	30,26	36,54	28,84
0,9549	30,32	36,61	28,89
8	30,37	36,67	28,95
7	30,43	36,74	29,00
6	30,49	36,81	29,05
5	30,55	36,87	29,11
4	30,61	36,94	29,16

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
3	30,67	37,01	29,21
2	30,72	37,07	29,27
1	30,78	37,14	29,32
0	30,84	37,21	29,37
0,9539	30,90	37,28	29,42
8	30,96	37,34	29,48
7	31,02	37,41	29,53
6	31,08	37,48	29,58
5	31,13	37,54	29,63
4	31,19	37,61	29,69
3	31,25	37,67	29,74
2	31,31	37,74	29,79
1	31,36	37,80	29,84
0	31,42	37,87	29,90
0,9529	31,48	37,93	29,95
8	31,54	38,00	30,00
7	31,60	38,07	30,05
6	33,65	38,13	30,10
5	31,71	38,20	30,16
4	31,77	38,26	30,21
3	31,83	38,33	30,26
2	31,88	38,39	30,31
1	31,94	38,46	30,37
0	32,00	38,52	30,42
0,9519	32,06	38,59	30,47
8	32,11	38,65	30,52
7	32,17	38,72	30,57
6	32,23	38,78	30,62
5	32,38	38,84	30,67
4	32,34	38,91	30,72
3	32,39	38,97	30,77
2	32,45	39,03	30,82
1	32,51	39,10	30,87
0	32,57	39,16	30,91
0,9509	32,63	39,23	30,96
8	32,68	39,29	31,01
7	32,73	39,35	31,06
6	32,79	39,42	31,11
5	32,85	39,48	31,16
4	32,90	39,54	31,21
3	32,96	39,61	31,26
2	33,01	39,67	31,31

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
1	33,07	39,73	31,36
0	33,12	39,79	31,41
0,9499	33,18	39,86	31,46
8	33,24	39,92	31,51
7	33,29	39,98	31,56
6	33,35	40,04	31,61
5	33,41	40,11	31,66
4	33,46	40,17	31,71
3	33,52	40,23	31,75
2	33,57	40,29	31,80
1	33,62	40,35	31,85
0	33,68	40,42	31,90
0,9489	33,73	40,48	31,95
8	33,79	40,54	32,00
7	33,84	40,60	32,05
6	33,90	40,67	32,10
5	33,96	40,73	32,15
4	34,01	40,79	32,30
3	34,06	40,85	32,35
2	34,12	40,91	32,29
1	34,17	40,97	32,34
0	34,23	41,03	32,39
0,9479	34,28	41,09	32,44
8	34,33	41,15	32,48
7	34,39	41,21	32,53
6	34,44	41,27	32,58
5	34,49	41,33	32,63
4	34,55	41,39	32,67
3	34,60	41,45	32,72
2	34,66	41,51	32,77
1	34,71	41,57	32,82
0	34,76	41,63	32,86
0,9469	34,82	41,69	32,91
8	34,87	41,75	32,96
7	34,92	41,81	33,01
6	34,98	41,87	33,05
5	35,03	41,93	33,10
4	35,09	41,99	33,15
3	35,14	42,05	33,19
2	35,19	42,11	33,24
1	35,24	42,16	33,29
0	35,29	42,22	33,33

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
0,9459	35,35	42,28	33,38
8	35,40	42,34	33,42
7	35,45	42,40	33,47
6	35,51	42,46	33,52
5	35,56	42,51	33,56
4	35,61	42,57	33,61
3	35,66	42,63	33,66
2	35,72	42,69	33,70
1	35,77	42,75	33,75
0	35,82	42,81	33,79
0,9449	35,87	42,86	33,84
8	35,93	42,92	33,89
7	35,98	42,98	33,93
6	36,03	43,04	33,98
5	36,08	43,10	34,03
4	36,14	43,16	34,07
3	36,19	43,22	34,12
2	36,24	43,27	34,27
1	36,29	43,33	34,21
0	36,35	43,39	34,25
0,9439	36,40	43,45	34,30
8	36,46	43,51	34,35
7	36,51	43,57	34,39
6	36,56	43,62	34,44
5	36,61	43,68	34,48
4	36,66	43,74	34,53
3	36,72	43,80	34,58
2	36,77	43,86	34,62
1	36,83	43,92	34,67
0	36,88	43,97	34,71
0,9429	36,93	44,03	34,76
8	36,98	44,09	34,80
7	37,03	44,15	34,85
6	37,09	44,21	34,89
5	37,14	44,26	34,94
4	37,19	44,32	34,98
3	37,24	44,37	35,03
2	37,29	44,43	35,07
1	37,34	44,48	35,12
0	37,39	44,54	35,16
0,9419	37,44	44,60	35,20
8	37,49	44,65	35,25

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
7	37,54	44,71	35,29
6	37,59	44,76	35,34
5	37,65	44,82	35,38
4	37,70	44,88	35,42
3	37,75	44,93	35,46
2	37,80	44,99	35,50
1	37,85	45,04	35,55
0	37,90	45,10	35,60
0,9409	37,95	45,15	35,65
8	38,00	45,21	35,69
7	38,05	45,27	35,73
6	38,10	45,32	35,78
5	38,15	45,38	35,82
4	38,20	45,43	35,86
3	38,25	45,49	35,91
2	38,30	45,54	35,95
1	38,35	45,60	35,99
0	38,40	45,65	36,04
0,9399	38,46	45,71	36,08
8	38,51	45,77	36,13
7	38,56	45,82	36,17
6	38,61	45,88	36,21
5	38,66	45,93	36,26
4	38,71	45,99	36,30
3	38,76	46,04	36,34
2	38,81	46,10	36,39
1	38,86	46,15	36,43
0	38,92	46,21	36,47
0,9389	38,97	46,26	36,52
8	39,02	46,32	36,56
7	39,07	46,37	36,60
6	39,12	46,43	36,64
5	39,17	46,48	36,69
4	39,22	46,54	36,73
3	39,27	46,59	36,80
2	39,32	46,64	36,81
1	39,37	46,70	36,86
0	39,42	46,75	36,90
0,9379	39,47	46,80	36,94
8	39,52	46,86	36,98
7	39,57	46,91	37,03
6	39,62	46,97	37,05

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
5	39,66	47,02	37,11
4	39,71	47,07	37,15
3	39,76	47,13	37,20
2	39,81	47,18	37,24
1	39,86	47,23	37,28
0	39,91	47,29	37,32
0,9369	39,96	47,34	37,37
8	40,01	47,40	37,41
7	40,06	47,45	37,45
6	40,10	47,50	37,49
5	40,15	47,56	37,53
4	40,20	47,61	37,58
3	40,25	47,66	37,62
2	40,30	47,71	37,66
1	40,35	47,77	37,70
0	40,40	47,82	37,74
0,9359	40,45	47,87	37,79
8	40,49	47,92	37,83
7	40,54	47,98	37,87
6	40,59	48,03	37,91
5	40,64	48,08	37,95
4	40,69	48,13	38,00
3	40,74	48,19	38,04
2	40,79	48,24	38,08
1	40,84	48,29	38,12
0	40,89	48,34	38,16
0,9349	40,94	48,40	38,21
8	40,99	48,45	38,25
7	41,03	48,50	38,29
6	41,03	48,55	38,33
5	41,13	48,60	38,37
4	41,18	48,66	38,41
3	41,23	48,71	38,45
2	41,27	48,76	38,50
1	41,32	48,81	38,54
0	41,37	48,86	38,58
0,9339	41,42	48,92	38,62
8	41,47	48,97	38,66
7	41,52	49,02	38,70
6	41,56	49,07	38,74
5	41,61	49,12	38,78
4	41,66	49,18	38,82

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
3	41,71	49,23	38,86
2	41,76	49,28	38,91
1	41,80	49,33	38,95
0	41,85	49,38	38,99
0,9329	41,90	49,44	39,03
8	41,95	49,49	39,07
7	42,00	49,54	39,11
6	42,05	49,59	39,15
5	42,09	49,64	39,19
4	42,14	49,69	39,23
3	42,19	49,75	39,27
2	42,24	49,80	39,31
1	42,29	49,85	39,35
0	42,34	49,90	39,39
0,9319	42,39	49,95	39,43
8	42,43	50,00	39,47
7	42,48	50,05	39,51
6	42,53	50,11	39,56
5	42,58	50,16	39,60
4	42,63	50,21	39,64
3	42,68	50,26	39,68
2	42,72	50,31	39,72
1	42,77	50,36	39,76
0	42,82	50,41	39,80
0,9309	42,87	50,47	39,84
8	42,92	50,52	39,88
7	42,97	50,57	39,92
6	43,01	50,62	39,96
5	43,05	50,67	40,00
4	43,11	50,72	40,04
3	43,15	50,77	40,08
2	43,20	50,82	40,12
1	43,25	50,87	40,16
0	43,30	50,92	40,20
9,9299	43,34	50,97	40,24
8	43,39	51,02	40,28
7	43,44	51,07	40,32
6	43,49	51,12	40,36
5	43,54	51,18	40,40
4	43,59	51,23	40,44
3	43,64	51,28	40,48
2	43,68	51,33	40,52

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
1	43,73	51,38	40,56
0	43,78	51,43	40,60
0,9289	43,82	51,48	40,64
8	43,87	51,53	40,68
7	43,92	51,58	40,72
6	43,97	51,63	40,76
5	44,01	51,68	40,80
4	44,06	51,73	40,84
3	44,11	51,78	40,88
2	44,16	51,83	40,92
1	44,20	51,88	40,95
0	44,25	51,93	40,99
0,9279	44,30	51,98	41,03
8	44,35	52,03	41,07
7	44,39	52,08	41,11
6	44,44	52,13	41,15
5	44,49	52,18	41,19
4	44,53	52,23	41,23
3	44,58	52,28	41,26
2	44,62	52,32	41,30
1	44,67	52,37	41,34
0	44,71	52,42	41,38
0,9269	44,76	52,47	41,42
8	44,81	52,52	41,46
7	44,86	52,57	41,50
6	44,91	52,62	41,54
5	44,95	52,67	41,57
4	45,00	52,72	41,61
3	45,05	52,77	41,65
2	45,10	52,82	41,69
1	45,14	52,87	41,73
0	45,18	52,91	41,76
0,9259	45,23	52,96	41,80
8	45,28	53,01	41,84
7	45,32	53,06	41,88
6	45,37	53,11	41,92
5	45,41	53,15	41,95
4	45,46	53,20	41,99
3	45,51	53,25	42,03
2	45,56	53,30	42,07
1	45,60	53,35	42,11
0	45,65	53,40	42,15

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
0,9249	45,69	53,44	42,18
8	45,74	53,49	42,22
7	45,78	53,54	42,26
6	45,83	53,59	42,30
5	45,38	53,64	42,34
4	45,92	53,68	42,37
3	45,47	53,73	42,41
2	46,01	53,78	42,45
1	46,52	53,83	42,49
0	46,56	53,88	42,53
0,9239	46,15	53,92	42,56
8	46,20	53,97	42,60
7	46,24	54,02	42,64
6	46,29	54,07	42,68
5	46,33	54,11	42,71
4	46,38	54,16	42,75
3	46,43	54,21	42,79
2	46,47	54,26	42,83
1	46,52	54,31	42,87
0	46,56	54,35	42,90
0,9229	46,61	54,40	42,94
8	46,66	54,45	42,98
7	46,71	54,50	43,02
6	46,75	54,54	43,05
5	46,80	54,59	43,09
4	46,84	54,64	43,13

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
3	46,89	54,69	43,17
2	46,93	54,73	43,20
1	46,98	54,78	43,24
0	47,03	54,83	43,28
0,9219	47,07	54,88	43,32
8	47,11	54,92	43,35
7	47,16	54,97	43,39
6	47,21	55,02	43,43
5	47,26	55,07	43,47
4	47,30	55,11	43,50
3	47,34	55,16	43,54
2	47,39	55,21	43,58
1	47,44	55,26	43,62
0	47,48	55,30	43,65
0,9209	47,53	55,35	43,69
8	47,58	55,40	43,73
7	47,62	55,44	43,76
6	47,66	55,49	43,80
5	47,71	55,54	43,84
4	47,76	55,59	43,88
3	47,80	55,63	43,91
2	47,85	55,68	43,95
1	47,89	55,73	43,99
0	47,94	55,78	44,03

METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE SADNIH IN ZELENJAVNIH IZDELKOV

1. METODE VZORČENJA SADNIH IN ZELENJAVNIH IZDELKOV

Vzorci zamrznjenega sadja, zamrznjene sadne kaše, pasteriziranega sadja, pasterizirane sadne kaše, sadnega sirupa, kompota, "sladka", sadnega sira, kandiranega sadja, suhega sadja, mešanih sadnih in zelenjavnih izdelkov, nizkokaloričnih sadnih izdelkov, citrus baze in namiznih oliv (v nadaljnjem besedilu: sadni izdelki) ter vzorce zamrznjene zelenjave, sterilizirane zelenjave, pasterizirane zelenjave, marinirane zelenjave (zelenjava v kislu), biološko konzervirane zelenjave, zelenjavnega soka, zgoščenega zelenjavnega soka, posušene zelenjave, zelenjavne omake, drugih zelenjavnih izdelkov (v nadaljnjem besedilu: zelenjavni izdelki) mora po tem pravilniku jemati uradna oseba.

Vzorci sadnih in zelenjavnih izdelkov se jemljejo:

- v proizvodnji - iz proizvodnih partij;
- v prometu - iz embalažnih enot.

Vzorci sadnih in zelenjavnih izdelkov v proizvodnji se morajo jemati tako, da je kot vzorec za analizo za analizo lahko izbrana vsaka embalažna enota proizvodnje partije.

Vzorci sadnih in zelenjavnih izdelkov v prometu se marajo jemati tako, da je kot vzorec za analizo lahko izbrana vsaka embalažna enota, ki je dana v promet.

Vzorci se morajo jemati enako v proizvodnji in v prometu.

Vzorec sadnega ali zelenjavnega izdelka, vzeti za analizo, mora kazati povprečno sestavo celotne količine izdelka, od katere je vzeti.

S proizvodno partijo (serijo) sadnih in zelenjavni izdelkov po tem pravilniku je mišljena ustrezna količina istovrstnih izdelkov, proizvedena po isti tehnologiji v enakih pogojih in pakirana v embalažne enote ustrezne mase ali prostornine z obvezno identifikacijsko oznako.

Z embalažnimi enotami sadnih in zelenjavnih izdelkov so mišljene določene količine istovrstnih izdelkov, pakirane v posamična embalažna pakiranja ustrezne mase ali prostornine z obvezno identifikacijsko oznako.

Vzorec sadnega in zelenjavnega izdelka morata sestavljati najmanj dva posamična primerka, ki morata biti identična po sestavi, z enako maso ali prostornino, ki je potrebna za fizikalne in kemične analize.

Število vzorcev sadnih in zelenjavnih izdelkov je odvisno od vrste izdelka, njegove mase ali prostornine izdelka v embalažni enoti ter od količine izdelka, od katere se vzorec vzame in se določi na podlagi tabele 1.

Če sta za vzorec vzeta več kot 2 posamična primerka, se naredi en vzorec, s tem da je lahko za vzorec vzeti vsak primerek.

Vzorec mora vsebovati najmanj dva identična primerka. En primerek pošlje uradna oseba takoj na analizo, drugi pa rabi za superanalizo.

Na zahtevo stranke se mora vzeti tudi tretji identični primerek, ki se ji da na razpolago.

Tabela 1. Število vzorcev vzetih za analizo, glede na količino, od katere je le-ta vzeta

Sadni in zelenjavni izdelki	Količina, od katere je vzeta vzorec	Število vzorcev vzetih za analizo
1	2	3
a) embalažne enote do 1 kg	- do 3000 embalažnih enot - za vsakih nadaljnjih 1000 embalažnih enot	najmanj 1 vzorec najmanj 1 vzorec
b) embalažne enote od 1 kg do 5 kg	- do 6000 embalažnih enot - za vsakih nadaljnjih 6000 embalažnih enot	najmanj 1 vzorec najmanj 1 vzorec
c) embalažne enote nad 5 kg	- do 15000 embalažnih enot - za vsakih nadaljnjih 15000 embalažnih enot	najmanj 1 vzorec najmanj 1 vzorec

Pri jemanju vzorcev sadnih in zelenjavnih izdelkov mora uradna oseba, ki vzame vzorec za analizo, sestaviti zapisnik, v katerega vpiše podatke, pomembne za rezultat analize: kraj, pogoje hrambe, datum in čas, ko je vzorec vzeta, vrsto in količino izdelka, od katerega je vzorec vzeta, število vzeti vzorcev in njihovo količino, identifikacijsko oznako in količino vzorca, ki se pošilja na analizo.

Zapisnik podpišeta uradna oseba, ki vzame vzorec in stranka.

Vzorci se zaznamujejo z oznako, ki je ni mogoče zlahka odstraniti ali zbrisati, nato se pritisne uradni pečat oziroma se da plomba.

Vzorci sadnih in zelenjavnih izdelkov se morajo pakirati tako, da so zagotovljeni pogoji hrambe, predpisani z normami kakovosti sadnih, zelenjavnih in gobjih izdelkov ter pektinskih preparatov.

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE SADNIH IN ZELENJAVNIH IZDELKOV

2.1 Splošno

Analitična čistoča vseh reagentov, ki se uporabljajo za fizikalno-kemijske analize sadnih in zelenjavnih izdelkov mora biti p.a., voda pa destilirana.

Natančnost določanja z metodami fizikalno-kemičnih analiz se ugotavlja po načelih sodobne analitične prakse in se izraža kot absolutni ali relativni odklon od povprečja, dobljenega na podlagi rezultatov najmanj dveh vzporednih določanj.

2.2 Fizikalno-kemijske analize

2.2.1 Določanje topne suhe snovi - refraktometrijska metoda

Princip in uporaba

Topno suho snov v sadnih in zelenjavnih izdelkih določamo z refraktometrom pri 20 °C tako, da direktno odčitamo topno suho snov na skali refraktometra ali pa izmerimo lomni količnik raztopine, ki jo analiziramo, na podlagi katerega po tabeli določimo količino topne suhe snovi.

To metodo uporabljamo predvsem za tekoče in polgoste (kašaste) sadne in zelenjavne izdelke ter za izdelke s celimi plodovi ali deli plodov.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) refraktometer s skalo za merjenje lomnega količnika, graduirano na 0,001 in možnostjo ocene do 0,0002, ki mora biti nastavljena tako, da kaže lomni količnik destilirane vode pri 20 °C 1,3330;
- 2) refraktometer s skalo za direktno odčitavanje suhe snovi (mase saharoze) v odstotkih, graduirano na 0,5 %, z možnostjo ocene 0,25 %, ki mora biti nastavljen tako, da kaže destilirana voda pri 20 °C 0 % suhe snovi;
- 3) napravo za kroženje vode (termostat), ki v prizmah refraktometra vzdržuje konstantno temperaturo (20 °C), z natančnostjo $\pm 0,5$ °C.

Priprava vzorca za analizo

Tekoči izdelki - laboratorijski vzorec dobro premešamo in uporabimo neposredno za določanje.

Polgosti izdelki - vzorec homogeniziramo in en del pretlačimo skozi štirikrat prepognjeno gazo. Prvih nekaj kapljic zlijemo proč, ostalo tekočino pa uporabimo za določanje.

Gosti in trdni izdelki - 40 g vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g v tarirano čašo in dodamo 100 do 150 ml destilirane vode. Vsebino v čaši segrevamo na vroči kopeli in jo pustimo vreti 2 do 3 minute, nato pa močno premešamo s stekleno palčko. Po 20 minutah jo stehamo z natančnostjo 0,01 g in filtriramo skozi naguban filtrirni papir v suho posodo. Filtrat uporabimo za določanje.

Zamrznjeni izdelki - po tajanju vzorca, kolikor je potrebno, najprej odstranimo seme in peščišča, nato pa izdelek pomešamo s tekočino, ki izteče pri tajanju in ravnamo odvisno od konsistence, kot je predpisano za polgoste ali goste izdelke.

Dehidrirani izdelki - del laboratorijskega vzorca razrežemo na koščke, če je potrebno, odstranimo seme in peščišča in vsebino pazljivo premešamo 10 do 20 g vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g v tarirano čašo in dodamo pet do desetkrat večjo maso destilirane vode. Čašo z vsebino damo za 30 minut na toplo ali vrelo vodno kopel in občasno mešamo s stekleno palčko. Če je treba, segrevanje podaljšamo, dokler ne dobimo homogene zmesi. Zmes ohladimo in dobro premešamo. Po 20 minutah vsebino stehamo z natančnostjo 0,01 g in filtriramo skozi nagubani filtrirni papir. Filtrat uporabimo za določanje.

Določanje

Poskrbimo za predpisano temperaturo merjenja raztopine, ki jo analiziramo, kanemo 2 do 3 kapljice na spodnjo, nepremično prizmo refraktometra, ki jo takoj stisnemo k zgornji, premični prizmi. Svetlobni vir nastavimo tako, da dobro osvetlimo zorno polje, vrtljivo skalo pa nastavimo tako, da je mejna črta svetlega in temnega polja ostra.

Odvisno od vrste refraktometra odčitavamo lomni količnik ali odstotek saharoze.

Z istim vzorcem, pripravljenim za analizo, opravimo dve določanji.

Korekcija

Če temperatura pri določanju ni bila $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, je potrebna naslednja korekcija:

- a) za refraktometer s skalo za odčitavanje lomnega količnika

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,00013 \cdot (t - 20) \quad (1)$$

kjer je:

t = temperatura merjena v °C;

- b) za refraktometer s skalo, ki kaže odstotek mase saharoze, pa korigiramo rezultat po tabeli 2.

Izračunavanje

Za refraktometer s skalo za odčitavanje lomnega količnika odčitamo v tabeli 3 odstotek saharoze, ki ustreza odčitani vrednosti lomnega količnika, ki jo po potrebi korigiramo po formuli 1.

Če gre za tekoči ali polgosti izdelek, količino topnih suhih snovi izračunamo po naslednji formuli:

$$\frac{P \cdot m_1}{m_0} \quad (2)$$

kjer je:

P - odstotek mase topne suhe snovi v razredčeni raztopini;

m_0 - masa vzorca pred razredčitvijo, v g;

m_1 - masa vzorca po razredčitvi, v g.

Kot rezultat vzamemo aritmetično sredino dveh vzporednih merenj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo na eno decimalko.

Za refraktometer s skalo, ki kaže odstotek mase saharoze, je pri tekočih in polgostih izdelkih količina topne suhe snovi enaka odčitani vrednosti, če je potrebno pa jo korigiramo po tabeli 2.

Če smo vzorec razredčili, vsebnost topnih suhih snovi izračunamo po formuli (2).

Če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti, vzamemo kot rezultat aritmetično sredino dveh določanj.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,5 g topne suhe snovi na 100 g izdelka.

Tabela 2. Točnost odčitavanja na refraktometru s skalo, ki kaže saharozo, za temperaturo, ki ni enaka temperaturi $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$

Temperatura v °C	Odčitavanje na skali količine topne suhe snovi v odstotkih (m/m)									
	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70
Vrednost korekcije, ki jo odštejemo										
15	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,37	0,38	0,39	0,40
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,30	0,31	0,32
17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24
18	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08
Vrednost korekcije, ki jo prištejemo										
21	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
23	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24
24	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32
25	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40

Tabela 3. Lomni količnik in ustrezni odstopke topne suhe snovi (saharoze)

Lomni količnik	Količina topne suhe snovi (saharoze)	Lomni količnik	Količina topne suhe snovi (saharoze)	Lomni količnik	Količina topne suhe snovi (saharoze)	Lomni količnik	Količina topne suhe snovi (saharoze)
n_D^{20}	% (m/m)	n_D^{20}	% (m/m)	n_D^{20}	% (m/m)	n_D^{20}	% (m/m)
1	2	3	4	5	6	7	8
1,333 0	0	1,367 2	22	1,407 6	44	1,455 8	66
1,334 4	1	1,368 9	23	1,409 6	45	1,458 2	67
1,335 9	2	1,370 6	24			1,460 6	68
1,337 3	3	1,372 3	25	1,411 7	46	1,463 0	69
1,338 8	4			1,413 7	47	1,465 4	70
1,340 3	5	1,374 0	26	1,415 8	48		
		1,375 8	27	1,417 9	49	1,467 9	71
1,341 8	6	1,377 5	28	1,420 1	50	1,470 3	72
1,343 3	7	1,379 3	29			1,472 8	73
1,344 8	8	1,381 1	30	1,422 2	51	1,475 3	74
1,346 3	9			1,424 3	52	1,477 8	75
1,347 8	10	1,382 9	31	1,426 5	53		
		1,384 7	32	1,428 6	54	1,480 3	76
1,349 4	11	1,386 5	33	1,430 8	55	1,482 9	77
1,350 9	12	1,388 3	34			1,485 4	78
1,352 5	13	1,390 2	35	1,433 0	56	1,488 0	79
1,354 1	14			1,435 2	57	1,490 6	80
1,355 7	15	1,392 0	36	1,437 4	58		
		1,393 9	37	1,439 7	59	1,493 3	81
1,357 3	16	1,395 8	38	1,441 9	60	1,495 9	82
1,358 9	17	1,397 8	39			1,498 5	83
1,360 5	18	1,399 7	40	1,444 2	61	1,501 2	84
1,362 2	19			1,446 5	62	1,503 9	85
1,363 8	20	1,401 6	41	1,448 8	63		
		1,403 6	42	1,451 1	64		
1,365 5	21	1,405 6	43	1,453 5	65		

2.2.2 Določanje skupne suhe snovi

Princip in uporaba

Skupno suho snov sestavlja vsa količina snovi iz sestave izdelka, ki v predpisanih pogojih ne izhlapi.

Odvisno od sestave izdelka, uporabljamo za določanje skupne suhe snovi tri postopke:

- sušenje pri 105 °C - za vse sadne in zelenjavne izdelke, razen za izdelke z veliko sladkorja oziroma eteričnih olj;
- sušenje v vakuumu - za izdelke, pri katerih dolgo sušenje spremeni njihovo sestavo, ter za izdelke, ki vsebujejo več kot 10 % vode;
- destilacijo (rekuperacijo) - za izdelke s precej zmanjšano količino vode in veliko hlapnih sestavin ter za izdelke, ki vsebujejo manj kot 1 % vode (posušeno sadje in vrtnine ter sadni in zelenjavni izdelki v prahu). 105 °C do konstantne mase.

a) Sušenje pri 105 °C**Princip**

Po tem postopku določamo ostanek po sušenju pri 105 °C do konstantne mase.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) laboratorijski sušilnik;
- 2) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 3) posode iz aluminija ali nerjavnečega jekla ali steklene valjaste posode z ravnim dnom in premerom 60 mm, visoke 25 mm, s pokrovom, ki posodo hermetično zapre in se lahko sname;
- 4) analitsko tehtnico;
- 5) stekleno palčko, katere dolžina ustreza velikosti posode;
- 6) nagubani filtrirni papir, ki zgoreva brez pepela;
- 7) pesek, ki ga uporabljamo za goste izdelke in ga moramo poprej tretirati s 5 %-no klorovodikovo kislino, izpran tako, da ni več ostankov HCl, posušen in presejan skozi sito, tako da je velikost delcev 100 do 400 µm, nato pa žarjen.

Priprava vzorca za sušenje

Tekoči ali poltekoči izdelki - Vzorec homogeniziramo z mešanjem.

Gosti, kašasti ali heterogeni izdelki - Vzorce pomešamo in vzamemo količino, ki zadostuje za najmanj dve določanji (vzorec homogeniziramo z mešanjem ali tako, da ga zdrobimo v terilnici).

Količina vzorca za analizo

Tekoči in poltekoči izdelki

Kovinsko posodo s trakom nagubanega filtrirnega papirja sušimo v sušilniku, skupaj s snetim pokrovom v predpisanih pogojih, nato posodo pokrijemo vzamemo iz sušilnika, jo ohladimo v eksikatorju in zatem stehtamo z natančnostjo 0,0002 g.

Iz pripravljenega vzorca vzamemo s pipeto 10 ml, kadar gre za tekoči in nekaj mililitrov, kadar gre za poltekoči izdelek, hitro naneseemo na filtrirni papir v stehtani posodi in posodo takoj pokrijemo. Posodo skupaj z vzorcem stehtamo z natančnostjo 0,0002 g.

Gosti (kašasti) ali heterogeni izdelki

V posušeno in stehtano kovinsko posodo damo 10 g do 20 g peska in stekleno palčko in jo nato skupaj s snetim pokrovom sušimo v predpisanih pogojih v sušilniku. Posodo pokrijemo, jo vzamemo iz sušilnika in ohladimo v eksikatorju, nato pa stehtamo z natančnostjo 0,0002 g. V ohlajeno in stehtano posodo s peskom odtehtamo 2 g do 5 g pripravljenega vzorca, dobro premešamo s stekleno palčko in vse skupaj stehtamo z natančnostjo 0,0002 g (če težko mešamo, po tehtanju posode, dodamo malo destilirane vode).

Sušenje v sušilniku pri 105 °C ± 0,5 °C

Kovinsko posodo, v kateri je filtrirni papir in količina vzorca, ki jo analiziramo, damo v laboratorijski sušilnik, v katerem je temperatura 105 °C ± 0,5 °C in segrevamo skupaj s snetim pokrovom pri atmosferskem tlaku 1 uro. Po tehtanju sušenje nadaljujemo, dokler ni razlika po dveh zaporednih sušenjih v časovnem razmiku 0,5 ure po hlajenju in tehtanju manjša od 0,001 g. Tehtamo z natančnostjo 0,0002 g.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

b) Sušenje v vakuumskem sušilniku**Princip**

Po tem postopku določamo ostanek po sušenju do konstantne mase pri znižanem tlaku (30 mbar) v toku suhega zraka s pretokom 40 l/h ali pri temperaturi 70 °C.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) laboratorijski sušilnik, v katerem je možno sušenje pri temperaturi 70 °C pri znižanem tlaku 2 KPa (30 mbar) v toku suhega zraka (10 l/h ali 90 l/h), katerega pretok izmerimo pred vhomom v sušilnik pri normalnem tlaku. Zrak se suši tako, da prehaja skozi stekleno izpiralko, v kateri je koncentrirana žveplova kislina.

Temperatura sušilnika mora biti povsod v prostoru za sušenje enaka.

Priprava vzorca za sušenje

Tekoči in poltekoči izdelki - posušeno in stehtano kovinsko posodo, v kateri sta filtrirni papir in vzorec, ki ga analiziramo, damo v vakuumski sušilnik, v katerem je temperatura 70 °C in sušimo pri znižanem tlaku (30 mbar) v toku suhega zraka s pretokom 40 l/h točno 3 ure. Po treh urah jo ohladimo v eksikatorju in stehtamo z natančnostjo $\pm 0,0002$ g in sušimo naprej v enakih pogojih, dokler ni razlika rezultatov dveh zaporednih tehtanj, opravljenih v enournem časovnem presledku, manjša od 0,001 g.

Gosti, kašasti in heterogeni izdelki - posušeno in stehtano kovinsko posodo, v kateri so pesek, steklena palčka in vzorec, ki ga analiziramo, damo v vakuumski sušilnik, v katerem je temperatura 70 °C. Sušimo skupaj s snetim pokrovom pri znižanem tlaku (30 mbar) v toku suhega zraka s pretokom 10 l/h 3 ure. Nato posodo pokrijemo, vzamemo jo iz sušilnika, ohladimo v eksikatorju in nato stehtamo z natančnostjo 0,0002 g. Sušimo naprej v enakih pogojih, vse dokler ni razlika rezultatov dveh zaporednih tehtanj v 4-urnem časovnem razmiku manjša od 0,001 g.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje za postopka a in b

Odstotek mase skupne suhe snovi je enak:

$$\left(\frac{M_2 - M_0}{M_1 - M} \right) \cdot 100$$

kjer je:

M_0 - masa posode in pomožnega materiala (filtrirni papir, pesek, steklena palčka, pokrov) v g;

M_1 - masa iste posode z vzorcem pred sušenjem v g;

M_2 - masa iste posode z ostankom po sušenju v g.

Kot rezultat vzamemo ugotovljeno povprečno vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo na eno decimalko.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju, na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 1 % od ugotovljene povprečne vrednosti če je skupna suha snov večja od 10 g v 100 g izdelka oziroma ne večja od 2 % - če je skupna suha snov manjša od 10 g v 100 g izdelka.

Opomba Če vsebuje izdelek malo vode, lahko rezultat izrazimo kot odstotek mase vode.

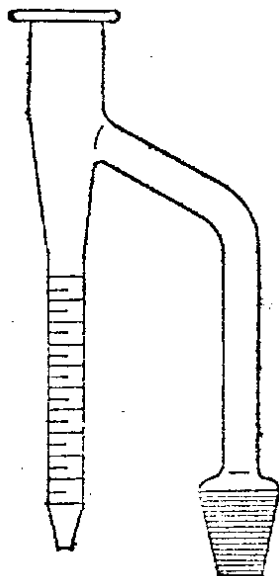
c) Določanje vode z destilacijo - po Deanu in Starku**Princip**

Vodo iz vzorca, ki ga analiziramo, destiliramo v specialni aparaturi s pomočjo organskega topila, ki se ne meša z vodo, nato v graduirani cevi predestilirano količino izmerimo.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aparat po Deanu in Starku (slika 1), umerjen pred prvo uporabo;
- 2) električni aparat za segrevanje z napravo za kontrolo temperature ali vodno kopel;
- 3) analitsko tehtnico.



Slika 1. Aparat po Deanu in Starku

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- benzen;
- toluen.

Opomba Da bi iz graduirane epruvete in notranjosti kondenzatorja odstranili vsako sled maščobe, moramo aparaturo očistiti z mešanico kromžveplove kisline in izprati z destilirano vodo, nato pa z acetonom. Posušimo jo na zračnem toku brez segrevanja.

Priprava vzorca

Laboratorijski vzorec dobro premešamo.

Količina vzorca za analizo

5 g do 100 g vzorca, pripravljenega za analizo, odtehtamo (na aluminijasti foliji) z natančnostjo $\pm 0,01$ g (količina vzorca za analizo je odvisna od količine vode v njem).

Določanje

Stehtano količino vzorca za analizo damo v destilacijsko bučko in prelijemo s potrebno količino organskega topila, katerega prostornina ne sme biti večja od $\frac{2}{3}$ prostornine destilacijske bučke.

Aparaturo sestavimo, spustimo vodo skozi hladilnik in destiliramo.

Pri destilaciji prehajata vodna para in para organskega topila v graduirano cev, kjer se kondenzirata in lovita, prebitek topila pa se vrača. Destiliramo, dokler prehaja voda. Voda prehaja, dokler je kondenzirana tekočina motna, kapljice vode pa se izločajo in stekajo v graduirano cev.

Ko v graduirano cev voda ne priteka več in prehaja popolnoma bister brezvodni kondenzat organskega topila, destiliramo še 15 minut. Tedaj nehamo segrevati in pustimo določen čas, da se voda popolnoma loči. Pri destilaciji ostanejo kapljice vode v cevi kondenzatorja in ob stenah predložka. Te kapljice moramo na ustrezen način združiti s predestilirano vodo (s pomočjo steklene palčke z gumeno cevko ipd.).

Ko je graduirana cev popolnoma ohlajena, odčitamo prostornino vode v njej.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Skupno suho snov izrazimo kot število gramov suhe snovi v 100 g izdelka, torej:

$$100 - V$$

kjer je:

V - količina vode v izdelku, izražena v gramih na 100 g vzetega materiala, oziroma odstotek vode.

Odstotek vode izračunamo po formuli:

$$V = \frac{v \cdot 100}{\emptyset}$$

kjer je:

v - prostornina odčitane vode;

$\emptyset$ - odtehtek v g.

2.2.3 Določanje direktno reducirajočih in skupnih sladkorjev – z Luffovo raztopino

Princip

Ta metoda temelji na principu da reducirajoči sladkorji (naravni invert) v določenih pogojih pretvorijo bakrov (II) sulfat (CuSO_4) iz Luffove raztopine v bakrov (I) oksid (Cu_2O). Neporabljeno količino bakrovih (II) ionov retitriramo z raztopino tiosulfata. Na podlagi razlike med porabo za slepi preskus in preskus odčitamo količino sladkorja iz tabele.

Nereducirajoči disaharid (saharozo) moramo poprej invertirati oziroma hidrolizirati v reducirajoče monosaharide s kislino, nato pa določiti z Luffovo raztopino. Tako dobimo podatek o skupni količini sladkorjev v vzorcu, ki ga analiziramo (skupni invert).

Razlika med dobljenim skupnim invertom in naravnim invertom daje količino reducirajočih sladkorjev, nastalih z inverzijo saharoze.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo:

- 1) pipeti s prostornino 10 ml in 25 ml;
- 2) erlenmajerico s prostornino 300 ml;
- 3) merilne bučke s prostornino 100 ml, 200 ml in 500 ml.

Reagenti

- 1) Luffov reagent:

- raztopina bakrovega sulfata: 25 g bakrovega sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 100 ml vode;

- raztopina citronske kisline: 50 g citronske kisline ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 50 ml vode;

- raztopina natrijevega karbonata: 143 g brezvodnega natrijevega karbonata (Na_2CO_3) raztopimo v približno 300 ml tople vode in ohladimo.

V 1000 ml merilno bučko vlijemo raztopino natrijevega karbonata in dodamo raztopino citronske kisline, medtem pa previdno mešamo. Mešamo, dokler se ne neha razvijati ogljikov dioksid, nato dodamo raztopino bakrovega sulfata in dopolnimo do 1 litra. Pustimo čez noč in če je potrebno filtriramo. Kontroliramo molarnost:

$c(\text{Cu}) = 0,1 \text{ mol/l}$; $c\left(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3\right) = 2 \text{ mol/l}$;

2) raztopino natrijevega tiosulfata, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;

3) raztopino škroba: v liter vrele vode dodamo 5 g topnega škroba, pomešanega s 30 ml vode. Kuhamo 3 min, ohladimo in eventualno dodamo 10 mg merkurijodida kot konzervansa;

4) raztopino žveplove kisline, $c\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right) = 6 \text{ mol/l}$;

5) 30 %-no (m/V) raztopino kalijevega jodida;

6) plovec, prekuhan v klorovodikovi kislini, izpran in posušen;

7) izopentanol (ni nujno potreben);

8) natrijev hidroksid, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

9) klorovodikovo kislino, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

10) 1 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu;

11) raztopino Carrez I: raztopimo 21,95 g cinkovega acetata - dihidrata, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ali 24 g cinkovega acetata - trihidrata, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in 3 g glacijalne očetne kisline ter do 100 ml dopolnimo z vodo;

12) raztopino Carrez II: raztopimo 10,6 g kalijevega heksacianoferata II - trihidrata, $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ter do 100 ml dopolnimo z vodo;

13) klorovodikovo kislino, koncentrirano, $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/cm}^3$;

14) raztopino natrijevega hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

Kontrola reagenta po Luffu:

a) S pipeto odmerimo 25 ml reagenta po Luffu, dodamo 3 g kalijevega jodida in 25 ml 6 mol/l žveplove kisline. Titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega tiosulfata v prisotnosti škroba, ki ga dodamo ob koncu titracije.

Količina porabljenega 0,1 mol/l natrijevega tiosulfata mora znašati 25 ml (če ne znaša 25 ml, moramo dodati CuSO_4).

b) V 100 ml merilno bučko odmerimo s pipeto 10 ml reagenta po Luffu in dopolnimo z vodo do oznake. V erlenmajerici pomešamo 10 ml razredčenega reagenta s 25 ml 0,1 mol/l klorovodikove kisline in segrevamo 10 minut na vreli vodni kopeli. Raztopino nato ohladimo in dopolnimo s sveže prekuhano vodo do začetne prostornine, nato pa titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida ob navzočnosti fenolftaleina. Količina porabljene 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida mora znašati med 5,5 ml in 6,5 ml.

c) S pipeto odmerimo 10 ml razredčenega reagenta in titriramo z 0,1 mol/l raztopino klorovodikove kisline ob navzočnosti fenolftaleina, dokler ne zgine vijoličasta barva. Količina porabljene raztopine klorovodikove kisline mora znašati od 6 do 7,5 ml.

d) pH Luffovega reagenta pri temperaturi 20 °C znaša 9,3 do 9,4.

Priprava vzorca

Laboratorijski vzorec pazljivo premešamo in prefiltriramo skozi vato ali filtrirni papir.

Količina vzorca za analizo

5 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,001 g v 400 ml čašo in dodamo 200 ml vode. Če je potrebno, odvečne snovi odstranimo z dodatkom 5 ml raztopine Carrez I in 5 ml raztopine Carrez II. Vsakič, ko dodamo raztopino, vsebino dobro premešamo. Vso količino kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml, dopolnimo do oznake, premešamo in filtriramo. To je filtrat I.

Določanje naravnega inverta

V merilno bučko s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 25 ml filtrata I in dopolnimo do oznake z vodo. V erlenmajerico s prostornino 300 ml odmerimo s pipeto 25 ml Luffove raztopine in dodamo 25 ml razredčenega filtrata I (mora vsebovati 15 do 60 mg sladkorja) in plovec.

Erlenmajerico segrevamo direktno na gorilniku, dokler vsebina po 2 minutah ne zavre. Nato naj vre na mrežici z okroglo odprtino Ø 6 cm do 7 cm, erlenmajerico pa z gumenim zamaškom spojimo s povratnim hladilnikom. Od trenutka, ko zavre, naj vre točno 10 minut, nato vsebino bučke ohladimo v tekoči vodi, po 5 minutah pa dodamo 10 ml raztopine kalijevega jodida in postopoma 25 ml 6 mol/l raztopine žveplove kisline. Raztopino žveplove kisline moramo dodajati previdno, ker je možno, da nastane pena. Nato titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega tiosulfata ob nenehnem mešanju, dokler barva ne postane rumena. Dodamo nekaj mililitrov raztopine škroba in titriramo naprej z natrijevim tiosulfatom, po kapljicah, dokler povsem ne zgine modra barva.

V enakih pogojih moramo narediti tudi slepi preskus z enako količino Luffovega reagenta, le da dodamo namesto razredčenega filtrata 125 ml vode.

Izračunavanje naravnega inverta

Za analizo smo vzeli 5 g vzorca, razredčili pa smo ga takole:

- 5 g smo razredčili do 250 ml;
- 25 ml pa smo razredčili do 100 ml.

Če smo za titracijo slepega preskusa (S_p) porabili 24,9 ml 0,1 mol/l raztopine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, za titracijo preskusa (P) pa 20,9 ml iste raztopine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, izračunamo razliko ($S_p - P$) = 4,0 ml, kar ustreza vrednosti 9,7 mg naravnega inverta, odčitani iz tabele 4.

$$\text{Odstotek naravnega inverta} = \frac{250 \cdot 100 \cdot 9,7 \cdot 100}{5 \cdot 25 \cdot 25 \cdot 100} = 7,76$$

Določanje skupnega inverta

V merilno bučko s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto 10 ml filtrata I, razredčimo s približno 30 ml vode in dodamo 0,5 ml koncentrirane HCl. Merilno bučko z vsebino damo na vrelo vodno kopel in vsebino invertiramo 30 minut, nato nevtraliziramo z 1 mol/l raztopino NaOH in dopolnimo do oznake z vodo.

Nadaljnji postopek je enak kot pri naravnem invertu.

Izračunavanje skupnega inverta

Za analizo smo vzeli 5 g vzorca, razredčili pa smo ga takole: 5 g smo razredčili do 250 ml, od tega smo s pipeto odmerili 10 ml in razredčili do 100 ml. Za končni postopek smo s pipeto odmerili 25 ml.

Za titracijo slepega preskusa (S_P) smo porabili 24,9 ml 0,1 mol/l raztopine $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, za titracijo preskusa (P) pa 9,9 ml iste raztopine, tako da znaša razlika ($S_P - P$) = 15 ml, kar ustreza vrednosti 38,5 mg skupnega inverta, odčitani iz tabele 4.

$$\text{Odstotek skupnega inverta} = \frac{250 \times 100 \times 38,5 \times 100}{5 \times 10 \times 25 \times 1000} = 77,0$$

Izračunavanje odstotka saharoze

Odstotek saharoze izračunamo po formuli:

$$\text{odstotek saharoze} = (b - a) \cdot 0,95$$

kjer je:

a = odstotek naravnega inverta;

b = odstotek skupnega inverta.

Opomba: Posebej moramo paziti na količino sladkorja.

Na 25 ml Luffove raztopine dodamo 25 ml razredčenega filtrata I, ki sme vsebovati najmanj 15 mg, največ pa 62 mg reducirajočih sladkorjev, izraženih kot glukoza.

Da bi preprečili peno, je priporočljivo, da vlijemo pred dodatkom žveplove kisline 1 ml izopentanola.

Tabela 4. Tabela za določanje količine sladkorja s 25 ml Luffove raztopine

Raztopina natrijevega tiosulfata $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ v ml	Glukoza, fruktoza ali invertni sladkor	
	mg	razlika
1	2	3
1	2,4	/
2	4,8	2,4
3	7,2	2,4
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,6
12	30,2	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,8
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	2,9
21	56,0	2,9
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravi isti analitik, ne sme biti večja od 0,5 % relativne vrednosti.

2.2.4 Določanje mineralnih snovi**Princip in uporaba**

Metoda temelji na odstranjevanju organskih primesi, dobljenih z izpiranjem in obarjanjem, njihovem sežiganju pri $600\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ter tehtanju dobljenega ostanka.

Metodo uporabljamo za določanje mineralnih primesi v sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo:

- 1) sežigalno peč z napravo za regulacijo temperature pri $600\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) homogenizator;
- 4) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 5) čaše s prostornino 250 ml, 800 ml in 2000 ml;
- 6) sežigalno kremenovo, porcelansko in platinsko posodo;
- 7) filtrirni papir, ki zgoreva brez pepela;
- 8) lij;
- 9) Bunsenov gorilnik.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega klorida (NaCl), 15 %-no (m/m);
- 2) klorovodikovo kislino (HCl), koncentrirano;
- 3) raztopino srebrovega nitrata c (AgNO_3) = 0,1 mol/l.

Priprava in količina vzorca za analizo

Laboratorijski vzorec ali originalno pakiranje sadnega ali zelenjavnega izdelka, katerega neto masa ne sme biti manjša od 500 g, homogeniziramo, da dobimo pasto in odtehtamo 500 g kot vzorec za analizo.

Opomba: Zamrznjeni izdelek odtajamo v pokriti posodi in ga skupaj s tekočino, ki izteče pri tem, štejemo za vzorec za analizo.

Pri analizi posušenih sadnih in zelenjavnih izdelkov odtehtamo 100 g vzorca za analizo, ga prenesemo v čašo s prostornino 800 ml in dodamo 400 ml vode. Zmes segrejemo do vretja in jo pustimo čez noč pri sobni temperaturi, da izdelek rehidrira.

Pred določanjem primesi vsebino dobro premešamo.

Postopek za ločevanje primesi

Pripravljeno količino vzorca za analizo prenesemo v čašo s prostornino 2000 ml, dopolnimo z vodo in premešamo s stekleno palčko. Pustimo 10 minut in dekantiramo v drugo čašo s prostornino 2000 ml. Prvo čašo ponovno napolnimo z vodo, premešamo in jo pustimo 10 minut. Nato vsebino iz druge čaše dekantiramo v tretjo čašo s prostornino 2000 ml in po 10 minutah vsebino tretje čaše dekantiramo v lij.

Postopek ponovimo tako, da vsebino prve čaše dekantiramo v drugo čašo, dopolnimo z vodo in po 10 minutah dekantiramo v tretjo čašo, iz nje pa dekantiramo v lij. Operacijo ponavljamo vse, dokler se iz vzorca za analizo ne izloči vsa pulpa. Tedaj prenesemo ostanek iz prve in druge čaše v tretjo čašo.

Seme in sadno pulpo, ki je lahko v usedlini z ostankom, izločimo z učinkovanjem z vrelo raztopino natrijevega klorida, ki ga nato odstranimo tako, da ga izperemo z vročo vodo. Da ni klorovih ionov preverimo s pomočjo raztopine srebrovega nitrata.

Ostanek kvantitativno prenesemo v lij s filtrirnim papirjem, dobro izperemo z vodo in damo skupaj s filtrirnim papirjem v sežigalno posodo, ki smo jo poprej žarili in tarirali.

Sežiganje

Sežigalno posodo skupaj s filtrirnim papirjem in ostankom nekaj minut segrevamo na rahlem plamenu gorilnika, nato pa sežigamo v sežigalni peči pri $600\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ približno 1 uro. Posodo nato ohladimo v eksikatorju in stehamo z natančnostjo 0,0002 g.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino mineralnih primesi, izraženo kot odstotek mase, izračunamo po naslednji formuli:

$$(M_2 - M_1) \cdot \frac{100}{M_0}$$

kjer je:

M_0 – masa vzorca v g;

M_1 – masa sežigalne posode v g;

M_2 – masa sežigalne posode in pepela v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 3 % relativne vrednosti.

2.2.5 Določanje v klorovodikovi kislini netopnega pepela

Princip in uporaba

Metoda temelji na sežiganju vzorca pri $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ in odstranjevanju v razredčeni raztopini klorovodikove kisline netopnih mineralnih primesi.

Metodo uporabljamo za določanje količine silicijevih spojin iz tal in tistih, ki so v sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino klorovodikove kisline, ki vsebuje 10 % (m/m) klorovodika;
- 2) raztopino srebrovega nitrata, približno 17 g/l.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) sežigalno peč z napravo za regulacijo temperature pri $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$;
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) vodno kopel;
- 4) sušilnik z avtomatično regulacijo temperature pri $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$;
- 5) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 6) kremenovo ali platinsko posodo za sežiganje vzorca;
- 7) kvantitativni filtrirni papir, ki zgori brez pepela.

Priprava vzorca - Laboratorijski vzorec pazljivo zdrobimo in homogeniziramo. Zamrznjen izdelek odtajamo in tekočino, ki pri tem izteče, primešamo.

Količina vzorca za analizo - Prazno sežigalno posodo žarimo, ohladimo v eksikatorju do sobne temperature in stehtamo z natančnostjo 0,0002 g. Nato z natančnostjo 0,01 g odtehtamo vanjo 4 g do 25 g pripravljenega laboratorijskega vzorca, odvisno od količine vode v njem.

Sušenje in sežiganje vzorca

Sežigalno posodo z odtehtano količino vzorca za analizo damo na vrelo vodno kopel, da voda izpari, nato pa v sušilnik, v katerem je temperatura $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Posušeni izdelki ni potrebno sušiti. Nato damo posodo v sežigalno peč. Sežigamo pri temperaturi $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pepel mora biti bel. Posodo nato vzamemo ven, ohladimo v eksikatorju in dodamo vanjo 10 ml do 25 ml raztopine klorovodikove kisline.

Posodo pokrijemo z urnim steklom in segrevamo 15 minut na topli kopeli. Vsebino posode nato prelijemo skozi filtrirni papir v filtrirni lij. Posodo izperemo z destilirano vodo in ponovno prelijemo skozi filtrirni papir. Postopek ponavljamo, dokler iz raztopine, ki izteka iz lija, ne odstranimo vseh sledov klorovih ionov, preskus pa kontroliramo z raztopino srebrovega nitrata.

Filtrirni papir z usedlino damo ponovno v sežigalno posodo, ki smo jo poprej žarili in stehtali, in sušimo pri temperaturi $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nato ga damo v sežigalno peč in sežigamo 30 minut pri $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Po hlajenju v eksikatorju posodo s pepelom stehtamo z natančnostjo 0,0002 g.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanja

Količino v klorovodikovi kislini netopnega pepela izrazimo v odstotkih mase:

$$\text{odstotek v HCl} = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_0 - m_1)} \cdot 100$$

netopnega pepela

kjer je:

m_0 - masa vzorca in sežigalne posode v g;

m_1 - masa sežigalne posode v g;

m_2 - masa sežigalne posode in pepela v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo na dve decimalki.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravi isti analitik ne sme biti večja od 0,01 g v klorovodikovi kislini netopnega pepela na 100 g vzorca.

2.2.6 Določanje pH vrednosti

Princip

Metoda temelji na merjenju razlike med potencialoma elektrod, potopljenih v tekočino, ki jo analiziramo.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še naslednji pribor:

- 1) pH meter, katerega skala je razdeljena na 0,1 ali še manjše enote.
Če pH meter ni opremljen s sistemom za korekcijo temperature, merimo pri 20 °C;
- 2) stekleni elektrodi, ki sta lahko različne geometrijske oblike in ju hranimo v vodi;
- 3) kalomelni elektrodi, ki vsebujeta nasičeno raztopino kalijevega klorida in ju hranimo v njej. Če obe elektrodi hranimo v vodi, mora biti nivo kalijevega klorida v njih višji od vodne gladine;
- 4) vodno kopel.

Priprava vzorca za določanje pH

Tekoči izdelki in izdelki, ki se lahko filtrirajo (tekočine iz kompota ali iz vloženih sadežev, slane tekočine, fermentirane tekočine ipd. - Laboratorijski vzorec homogeniziramo s pazljivim mešanjem.

Gosti ali polgosti izdelki in izdelki - iz katerih je težko izločiti tekočino (sirup, pire, žele ipd.). Laboratorijski vzorec premešamo, nato zdrobimo v homogenizatorju ali terilnici.

Zamrznjeni izdelki - Po odtajanju izdelka odstranimo koščice, seme in peščišča ter ravnamo, kot je opisano za tekoče in polgoste izdelke.

Posušeni izdelki - Laboratorijski vzorec zdrobimo na koščke in odstranimo koščice in peščišča. Zdrobljeni vzorec damo v čašo in dodamo dva do trikrat večjo vodno maso (če je potrebno, še več, da dobimo ustrezno konzistenco). Vsebino segrevamo 30 minut na vreli vodni kopeli in občasno mešamo s stekleno palčko. Nato vzorec premešamo in ga homogeniziramo z mletjem ali v terilnici.

Sveže pripravljene izdelki s trdno in tekočo fazo - Ravnamo, kot je opisano za tekoče in polgoste izdelke.

Količina vzorca za analizo

Za analizo vzamemo količino vzorca, ki zadostuje, da se potopita elektrodi, kar je odvisno od aparature, ki jo bomo uporabili.

Umerjanje pH metra

Za umerjanje pH metra uporabljamo puferno raztopino znanega pH pri določeni temperaturi, katerega vrednost naj bo približna vrednosti pH raztopine, ki ji določamo pH.

Če pH meter nima naprave za korekcijo temperature, moramo temperaturo puferne raztopine naravnati na $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Določanje pH

Elektrodi potopimo v vzorec, ki ga analiziramo in sistem za korelacijo temperature pH metra nastavimo na temperaturo merjenja. Če ni sistema za korekcijo temperature, moramo temperaturo vzorca naravnati na $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Najprej merimo po navodilu, priloženem pH metru, ki ga uporabljamo.

pH odčitavamo z natančnostjo 0,05 pH enot direktno na skali instrumenta do konstantne vrednosti.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Kot rezultat vzamemo aritmetično sredino dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo z natančnostjo 0,05 pH enot.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,1 pH enote (absolutna razlika).

Pripombe k postopku

Za umerjanje lahko uporabimo naslednje puferne raztopine:

- puferno raztopino s pH pri 20 °C 3,57 pripravimo takole: vzamemo nasičeno raztopino kislega kalijevega tartrata ($\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_5$), ki ima pri 25 °C pH 3,56 pri 30 °C pa je pH te raztopine 3,50;

- puferno raztopino s pH pri 25 °C 6,88 pripravimo takole: odtehtamo 3,402 g kislega kalijevega ortofosfata (KH_2PO_4) z natančnostjo 0,001 g in 3,549 g kislega dinatrijevega ortofosfata (Na_2HPO_4) z enako natančnostjo ter raztopimo v 1000 ml destilirane vode s temperaturo 20 °C;

pH te raztopine je pri 10 °C 6,92 pri 30 °C pa je pH te raztopine 6,85;

- puferno raztopino s pH pri 20 °C 4,00 pripravimo takole: odtehtamo 10,211 g kislega kalijevega ftalata [$\text{KH C}_6\text{H}_4(\text{COOO})_2$], ki je sušen eno uro pri temperaturi 105 °C, in ga raztopimo v 1000 ml destilirane vode s temperaturo 20 °C. pH te raztopine je pri 10 °C 4,00, pri 30 °C pa je pH te raztopine 4,01;

- puferno raztopino s pH pri 20 °C 5,00: uporabimo raztopino kislega dinatrijevega citrata, $c(\text{Na}_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7) = 0,1 \text{ mol/l}$.

2.2.7 Določanje benzojeve kisline - spektrofotometrijska metoda**Princip in uporaba**

Vzorec homogeniziramo, razredčimo in nakisamo, nato ekstrahiramo benzojevo kislino z dietiletom. Po ponovni ekstrakciji z alkalijami in čiščenju z oksidacijo s kalijevim kromatom v kislem mediju določamo benzojevo kislino, raztopljeno v dietiletru, s spektrofotometrom.

Metodo uporabljamo za določanje benzojeve kisline v sadnih in zelenjavnih izdelkih, izključujoč tiste izdelke, ki vsebujejo p-klorobenzojevo kislino (ker je ta odporna proti oksidaciji) ter tiste, ki vsebujejo kromžveplovo kislino (ker se ta pri oksidaciji s kromžveplovo kislino pretvori v benzojevo kislino).

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še naslednji pribor:

- 1) merilne bučke s prostornino 50 ml;
- 2) čaše s prostornino 50 ml in 100 ml;
- 3) pipete s prostornino 20 ml;
- 4) graduirane pipete;
- 5) steklenice iz borosilikatnega stekla z brušenimi zamaški in ravnim dnom, s prostornino 250 ml;
- 6) lij ločnik s prostornino 500 ml;
- 7) vodno kopel, primerno za kontrolo temperature od 70 °C do 80 °C;
- 8) homogenizator;
- 9) spektrofotometer za določanje v ultravioletnem delu spektra, opremljen z monokromatorjem, ki omogoča merjenje z natančnostjo 0,5 nm, s silicijevimi kivetami z 10 mm ali 20 mm debelo optično plastjo (bolje 20 mm zaradi večje občutljivosti) in s pokrovom iz brušenega stekla;
- 10) analitsko tehtnico.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) vinsko kislino, kristalizirano;
- 2) natrijev hidroksid s koncentracijo približno $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$;
- 3) kalijev dikromat, raztopino 33 do 34 g/l;
- 4) raztopino žveplove kisline, dobljeno z razredčitvijo 2 prostorninskih delov koncentrirane žveplove kisline ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/cm}^3$) z enim prostorninskim delom vode;
- 5) dietileter, destiliran neposredno pred uporabo;
- 6) standardno raztopino benzojeve kisline, 0,100 g benzojeve kisline v 1 l dietiletra.

Priprava vzorca za analizo

Tekoči in gosti izdelki (kašasti in bistri izdelki, sirupi) - Pazljivo premešan laboratorijski vzorec homogeniziramo.

Trdni izdelki (sadje, vrtnine) - Laboratorijski vzorec razrežemo na drobne koščke, če je potrebno, odstranimo seme in peščišča in pazljivo homogeniziramo približno 40 g vzorca.

Zamrznjeni ali hitro zamrznjeni izdelki – Laboratorijski vzorec odvajamo v pokriti posodi, tekočino, ki izteče pri tem, pa mu dodamo pred homogenizacijo.

Količina vzorca za analizo

Tekoči izdelki - S pipeto odmerimo 20 ml pripravljenega vzorca, razredčimo s približno 50 ml vode in prenesemo v lij ločnik (lij ločnik A).

Opomba: Količino vzorca za analizo lahko merimo tudi po masi; približno 20 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g.

Kašasti izdelki – s pipeto odmerimo 20 ml pripravljenega vzorca, damo v terilnico in razredčimo z 20 ml vode. Po dekantiranju tekočino filtriramo.

Postopek ponovimo dvakrat zaporedoma s po 20 ml vode in po dekantiranju tekočino filtriramo.

Filtrat lovimo naravnost v lij ločnik s prostornino 500 ml (lij ločnik A).

Opomba: Količino vzorca za analizo lahko merimo tudi po masi; približno 20 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g.

Gosti ali trdni izdelki - Približno 10 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g in skupaj s 30 ml do 40 ml vode kvantitativno prenesemo v steklenico s prostornino 250 ml. Dodamo približno 50 mg natrijevega hidrogenkarbonata, pretresemo, damo na vodno kopel s temperaturo 70 °C do 80 °C in pustimo na njej 15 do 30 minut. Vsebinsko steklenice filtriramo in dvakrat izperemo s po 15 ml do 20 ml vode.

Ves filtrat lovimo v lij ločnik s prostornino 500 ml (lij ločnik A) in pustimo, da se ohladi.

Opomba: Natrijev hidrogenkarbonat dodamo, da nevtraliziramo benzojevo kislino, katere sledovi se lahko izgubijo med izparevanjem.

Ekstrakcija benzojeve kisline

V lij ločnik (A), v katerem je pripravljen vzorec, dodamo 1 g vinske kisline in 60 ml dietiletra, nato pazljivo pretresemo. Pustimo stati, dokler se plasti ne ločijo, nato etrsko plast prenesemo v drug lij ločnik s prostornino 500 ml (lij ločnik B). Vodno plast iz lija ločnika (A) izperemo s 60 ml dietiletra, pustimo stati, da se plasti ločijo in etrsko plast ponovno prenesemo v lij ločnik (B).

Enako ravnamo tudi pri tretjem ločevanju, ko uporabimo za izpiranje 30 ml dietiletra. Etrsko plast prenesemo v lij ločnik (B).

Benzojevo kislino ekstrahiramo iz etrske raztopine tako, da zaporedno dodajamo najprej 10 ml, nato pa 5 ml raztopine natrijevega hidroksida, potem pa še dvakrat po 10 ml vode. Vsebino vsakič pretresemo in pustimo, da se plasti ločijo. Vodno plast spustimo v skodelico, nato jo damo na vodno kopel s temperaturo 70 °C do 80 °C in segrevamo, dokler se prostornina alkalne raztopine ne zmanjša približno za polovico, pri čemer odstranimo sledove raztopljenega dietiletra.

Čiščenje benzojeve kisline

Po hlajenju vlijemo vsebino posode v steklenico s prostornino 250 ml, v kateri je mešanica 20 ml raztopine žveplove kisline in 20 ml raztopine kalijevega dikromata. Steklenico zamašimo, pretresemo in pustimo stati najmanj 1 uro.

Opomba: V vzorcu so lahko tudi drugi konzervansi kot derivati benzojeve kisline. V tem primeru steklenico pustimo stati najmanj 3 ure, da trihidroksibenzojeva kislina popolnoma oksidira in da preprečimo vsako interferenco pri določanju. Daljši čas reakcije ne bo vplival na rezultat, ker je benzojeva kislina odporna proti tej mešanici. Če vsebuje prvotni izdelek tudi sorbinsko kislino, traja podaljšana oksidacija 24 ur, da se ta kislina popolnoma razkroji.

Ekstrakcija prečiščene benzojeve kisline

Benzojevo kislino ekstrahiramo iz te raztopine dvakrat s po 20 ml do 25 ml dietiletra, pri čemer zbiramo etrsko raztopino. Etrsko raztopino dvakrat izperemo z nekaj mililitri vode. Po skrbnem dekantiranju filtriramo skozi suh filtrirni papir in filtrat lovimo v merilno bučko s prostornino 50 ml.

Filtrirni papir nato izperemo z nekaj mililitri dietiletra, ki mu dodamo toliko raztopine za izpiranje, kolikor zadostuje, da filtrat razredčimo in bučko dopolnimo do oznake.

Določanje benzojeve kisline

S spektrofotometrom merimo ekstinkcijo etrske raztopine glede na ekstinkcijo čistega dietiletra pri 267,5 do 272 nm in 276,5 nm (glej opombo). Ekstinkcijo benzojeve kisline izračunamo po formuli:

$$E_2 - \frac{E_1 + E_3}{2}$$

kjer je:

E_1 - ekstinkcija pri 267,5 nm;

E_2 - ekstinkcija pri 272 nm;

E_3 - ekstinkcija pri 276,5 nm.

Opomba: Absorpcijski spekter etrske raztopine prečiščene benzojeve kisline preskušamo z dvema absorpcijskima maksimumoma in sicer pri 272 nm in pri 279 nm.

Benzojevo kislino, ekstrahirano z dietiletrom, določamo tako, da izmerimo relativno višino vrha pri 272 nm glede na črto, ki povezuje minimuma na abscisi pri 267,5 nm in 276,5 nm.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Priprava umeritvene krivulje

V šest merilnih bučk s prostornino 50 ml damo po 5, 7,5, 10, 12,5, 15 in 30 ml standardne raztopine benzojeve kisline. Razredčimo z dietiletrom in dopolnimo do oznake.

Dobljene raztopine vsebujejo 10, 15, 20, 25, 30 in 40 mg benzojeve kisline v 1 litru.

Nato opravimo diferenčna merjenja teh raztopin po postopku, opisanem pod točko Določanje benzojeve kisline.

Narisana krivulja kaže diferenčna merjenja (ordinata) v primerjavi z zgoraj navedenim številom miligramov benzojeve kisline na liter (abscisa).

Izračunavanjea) Količina vzorca za analizo, vzeta s pipeto

Količino benzojeve kisline v miligramih na liter izdelka izračunamo po formuli:

$$m_2 \cdot \frac{50}{20} = 2,5 \cdot m_2$$

kjer je:

m_2 - masa benzojeve kisline, odčitana na umeritveni krivulji, v mg.

b) Količina vzorca za analizo, merjena po masi

Količino benzojeve kisline, izraženo v miligramih na kilogram izdelka, izračunamo po formuli:

$$m_2 \cdot \frac{50}{m_1}$$

kjer je:

m_1 - masa vzorca v g;

m_2 - masa benzojeve kisline, odčitana na umeritveni krivulji, v mg.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 10 mg benzojeve kisline na liter ali kilogram izdelka.

Opomba: Metoda dopušča, da določamo benzojevo kislino z natančnostjo približno 2 mg, če vsebuje izdelek manj kot 50 mg benzojeve kisline na liter ali kilogram.

2.2.8 Določanje sorbinske kisline - spektrofotometrijska metoda**Princip in uporaba**

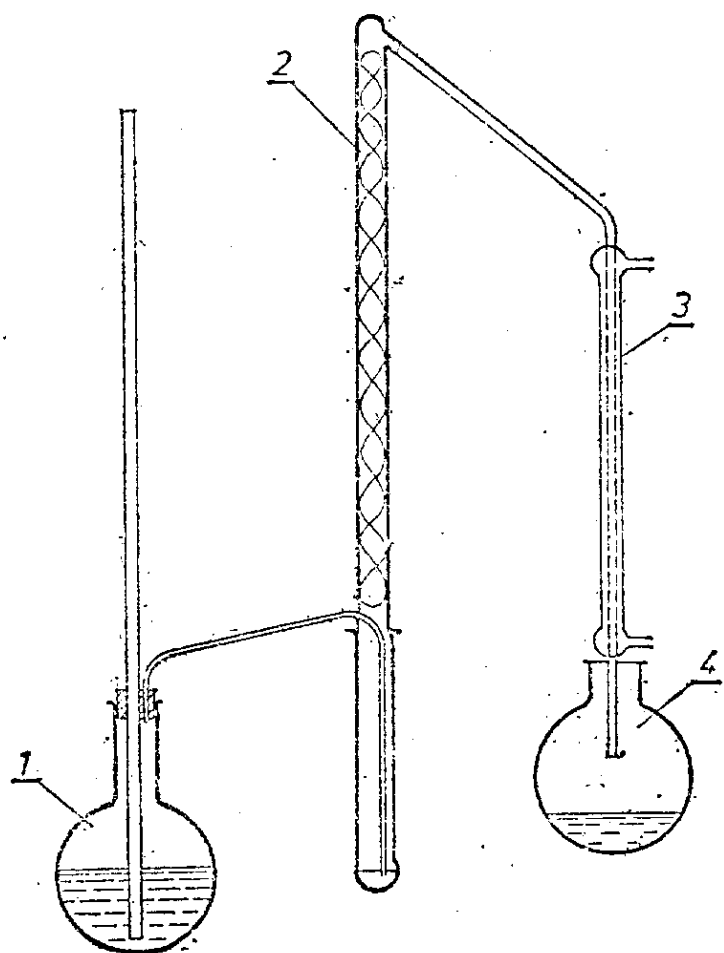
Po homogenizaciji vzorca iz sadja in vrtnin izločimo sorbinsko kislino z destilacijo z vodno paro. Nato jo oksidiramo s kromžveplovo kislino; po reakciji s tiobarbiturno kislino se pojavi rožnato rdeča barva, ki jo lahko izrazimo s spektrofotometrom pri 532 nm.

S to metodo določamo sorbinsko kislino v sadju in vrtninah ter v sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) steklene čaše s prostornino 100 ml;
- 2) pipete s prostornino 1, 2, 5 in 50 ml;
- 3) aparaturo za destilacijo z vodno paro (slika 2);
- 4) merilne bučke s prostornino 100, 500 in 1000 ml;
- 5) erlenmajerice s prostornino 500 ml;
- 6) vodno kopel;
- 7) homogenizator;
- 8) spektrofotometer.



Slika 2. Aparatura za destilacijo z vodno paro

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) vinsko kislino, kristalizirano;
- 2) standardno raztopino sorbinske kisline (0,010 g/l), ki jo pripravimo na dva načina:
 - a) 0,100 g sorbinske kisline raztopimo v 10 do 12 ml 0,1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 1000 ml in nato dopolnimo z vodo do oznake. 100 ml te raztopine odmerimo s pipeto v merilno bučko s prostornino 1000 ml in dopolnimo z vodo do oznake,
 - b) 134 ml kalijevega sorbata raztopimo v 1000 ml vode, 100 ml te raztopine pa odmerimo s pipeto v merilno bučko s prostornino 1000 ml in dopolnimo z vodo do oznake;
- 3) raztopino kalcijevega hidroksida s koncentracijo približno $c(1/2\text{Ca}(\text{OH})_2) = 0,04 \text{ mol/l}$;

4) raztopino kromžveplove kisline: 0,050 g kalijevega dikromata raztopimo v približno 90 ml vode in nato kvantitativno prenesemo v merilo bučko s prostornino 200 ml. Dodamo 100 ml c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 0,3 mol/l raztopine žveplove kisline in dopolnimo z vodo do oznake;

(1 l raztopine žveplove kisline s c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 0,3 mol/l vsebuje 14,7 g žveplove kisline oziroma 8,4 žveplove kisline $d^{20} = 1,84 \text{ g/cm}^3$);

5) raztopino tiobarbiturne kisline: 0,500 g tiobarbiturne kisline raztopimo v 50 ml vode in dodamo 10 ml 1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida. Vsebino kvantitativno preneseno v merilno bučko s prostornino 100 ml, dodamo 11 ml 1 mol/l raztopine klorovodikove kisline in dopolnimo do oznake.

Ta raztopina ni obstojna in jo moramo porabiti v 5 urah po pripravi.

Priprava vzorca

Trdni izdelki (sadje in vrtnine) - Del laboratorijskega vzorca razrežemo na koščke, odstranimo seme, nato odtehtamo približno 40 g vzorca in ga homogeniziramo.

Zamrznjeni ali hitro zamrznjeni izdelki - Moramo jih poprej odtajati, tekočino, ki izteče pri tem pa jim dodati pred homogenizacijo.

Tekoči in gosti izdelki (kašasti izdelki in sirupi) - Laboratorijski vzorec homogeniziramo.

Določanje

10 ml sadnega soka ali 10 g vzorca, pripravljenega za analizo odmerimo s pipeto (z natančnostjo 0,01 g) in z najmanjšo možno količino vode kvantitativno prenesemo v destilacijsko bučko (izpiralko), nato dodamo 0,5 g vinske kisline. Destilacijsko bučko z nastavkom spojimo z aparaturo za destilacijo z vodno paro in istočasno začnemo segrevati destilacijsko bučko izpiralko in bučko za razvijanje vodne pare, pri čemer moramo paziti, da je prostornina tekočine v izpiralki konstantna ($\pm 5 \text{ ml}$). Pri trdnih in gostih izdelkih moramo destilat loviti v bučko s prostornino 500 ml, dokler ni prostornina približno dvajsetkrat večja od prostornine v destilacijski bučki. Ko končamo destilacijo, izmerimo količino dobljenega destilata z graduiranim valjem. Pri tekočih izdelkih lovimo destilat v merilno bučko s prostornino 200 ml in nehamo destilirati, ko doseže destilat oznako.

Če vsebuje vzorec, ki ga analiziramo, etanol, ga moramo odstraniti takole: 25 ml destilata odmerimo s pipeto v 100 ml čašo in dodamo 1,5 ml do 2 ml raztopine kalcijevega hidroksida do alkalne reakcije. Nato damo posodo na vrelo vodno kopel in uparjamo do polovice prostornine (približno 30 minut). Ostanek kvantitativno prenesemo v 25 ml merilno bučko in dopolnimo z vodo do oznake.

Če vsebuje vzorec, ki ga analiziramo, eterična olja (kot jih vsebujejo sokovi iz plodov citrusov), jih moramo odstraniti na enak način kot etanol, vendar uparjanje nadaljujemo, dokler ni prostornina v čaši 1 ml do 2 ml. Ostanek kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 25 ml in dopolnimo do oznake.

Če so v vzorcu eterična olja česna in čebule ter pora, je postopek enak, le da destilat uparjamo, dokler ne postane suh, nato pa ga z vodo ponovno razredčimo do začetne prostornine. Postopek nadaljujemo tako, da v merilno bučko s prostornino 25 ml odmerimo s pipeto 10 ml destilata oziroma raztopine, ponovno razredčene po uparjanju.

10 ml prostornina je predvidena za vzorce, ki vsebujejo največ 200 mg/l ali kg sorbinske kisline. Če vsebuje vzorec več kot 200 mg/l ali kg sorbinske kisline, odmerimo s pipeto 2 ml ali 5 ml vzorca in dopolnimo z vodo do 10 ml. Dodamo 4 ml raztopine kromžveplove kisline in damo merilno bučko 10 minut na vrelo vodno kopel. Nato dodamo 4 ml sveže pripravljene 0,5 %-ne raztopine tiobarbiturne kisline, bučko damo ponovno na vodno kopel in jo pustimo na njej še 20 minut. Vsebino bučke ohladimo v vodni kopeli, v kateri je led, nato dopolnimo z vodo do oznake. Po 30 minutah izmerimo intenziteto nastale rožnate barve tako, da odčitamo ekstinkcijo na spektrofotometru na valovni dolžini 532 nm. Slepí preskus naredimo na enak način in z istimi reagenti, le da damo namesto 10 ml destilata 10 ml destilirane vode.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanja.

Priprava umeritvene krivulje

Standardno raztopino, ki vsebuje 10 mg sorbinske kisline na liter ali kilogram, razredčimo tako, da dodamo enemu prostorninskemu delu standardne raztopine štiri prostorninske dele vode. Razredčena raztopina vsebuje 2 mg/l sorbinske kisline. Nato v serijo šestih merilnih bučk s prostornino 50 ml odmerimo z graduirano pipeto: 0, 2, 4, 6, 8 in 10 ml razredčene raztopine in vsako bučko dopolnimo z vodo do 10 ml tako, da dodamo 10, 8, 6, 4, 2 in 0 ml vode. Dobljene raztopine vsebujejo: 0, 0'4, 0'8, 1'2, 1'6 in 2 mg sorbinske kisline na liter.

V vsako merilno bučko dodamo nato po 4 ml raztopine kromžveplove kisline in jih damo 10 minut na vrelo vodno kopel. Potem dodamo v vsako bučko po 4 ml tiobarbiturne kisline in jih damo spet na vrelo vodno kopel še za 20 minut. Vsebinsko bučk ohladimo v vodni kopeli, v kateri je led ter nato bučke dopolnimo z vodo do oznake.

Po 30 minutah izmerimo intenziteto nastale rožnate barve tako, da odčitamo ekstinkcijo na spektrofotometru pri valovni dolžini 532 nm.

Umeritveno krivuljo naredimo tako, da na absciso naneseemo miligrame sorbinske kisline na liter, na ordinato pa ustrezne ekstinkcije.

Izračunavanje

a) Če je vzorec merjen po prostornini, je količina sorbinske kisline v mg/l =
$$\frac{m_1 \cdot 200}{V_1}$$

kjer je:

m_1 - masa sorbinske kisline v mg/l, odčitana z umeritvene krivulje;

V_1 - prostornina vzetega vzorca v mililitrih (najpogosteje je 10 ml, lahko pa je tudi 5 ml oziroma 2 ml);

b) če je vzorec merjen po masi, je količina sorbinske kisline v mg/kg =
$$\frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m_0 \cdot V_1}$$

kjer je:

m_0 - masa vzetega vzorca v g;

m_1 - masa sorbinske kisline v litru destilata, odčitana na standardni krivulji, v mg;

V - prostornina destilata v ml;

V_1 - alikvotni del destilata (najpogosteje je 10 ml, lahko pa je tudi 5 ml oziroma 2 ml).

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 5 % (relativne vrednosti) njune srednje vrednosti.

2.2.9 Določanje etanola**Princip in uporaba**

Etanol, izločen z destilacijo, oksidiramo s kalijevim bikromatom v prisotnosti žveplove kisline, nato pa prebitek kalijevega bikromata retitriramo z amonijevim železovim (II) sulfatom, pri čemer kot indikator uporabljamo železov ortofenantrolin.

Metodo uporabljamo za določanje etanola v sadnih in zelenjavnih izdelkih, ki ne vsebujejo več kot 5 % (m/m) etanola.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo:

1) destilirni aparat, sestavljen iz balona za destilacijo s prostornino 500 ml, rektifikacijske kolone in kondenzatorja z nastavkom. Kondenzat se skozi nastavek steka v merilno bučko s prostornino 100 ml.

Lahko uporabljamo tudi vse druge modele aparata za destilacijo z vodno paro, če ustrezajo naslednjim zahtevam: pri destilaciji 200 ml 10 %-nega etanola v vodi mora končni destilat po petih zaporednih destilacijah vsebovati najmanj 9,9 % etanola oziroma izguba etanola med destilacijo ne sme biti večja od 0,02 %;

2) merilno bučko s prostornino 100 ml;

3) pipete s prostornino 5 ml, 10 ml in 20 ml;

4) erlenmajerico s širokim vratom in brušenim zamaškom, ki bučko hermetično zapre, bučka mora biti čista in ne sme biti mastna;

5) 50 ml bireto s petelinčkom.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

1) žveplovo kislino z relativno prostorninsko maso $1,836 \text{ g/cm}^3$;

2) raztopino žveplove kisline z relativno prostorninsko maso $1,488 \text{ g/cm}^3$ - raztopino 500 ml koncentrirane žveplove kisline ($\rho_{20} = 1,836 \text{ g/cm}^3$) v 1 l raztopine;

3) kalcijev hidroksid, Ca(OH)_2 - suspenzijo, dobljeno z gašenjem 110 g do 112 g CaO v 1 l vode (pred uporabo dobro pretresemo);

4) raztopino kalijevega bikromata: 42,572 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ na liter (1 ml te raztopine ustreza 0,01 g etanola);

5) raztopino amonijevega železovega (II) sulfata heksahidrata $[(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$: 170,2 g/l železovega (II) sulfata razdrobimo v malo vode, dodamo 20 ml žveplove kisline ($1,836 \text{ g/cm}^3$) in dopolnimo z destilirano vodo do 1 l.

Raztopino stabiliziramo tako, da dodamo aluminij. V 2 ml te raztopine ustreza 1 ml raztopine kalijevega bikromata;

6) indikator železov ortofenantrolin: raztopimo 0,695 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ v 100 ml vode in dodamo 1,485 g ortofenantrolina. Segrevamo, da se hitreje raztopi. Raztopina je obstojna.

Priprava vzorca

Gosti in trdni izdelki (sadje in vrtnine) - Laboratorijski vzorec homogeniziramo, pri čemer pazimo da se ne poveča temperatura vzorca.

Tekoči izdelki (pulpa, sirupi ipd.) - Vzorec dobro premešamo in homogeniziramo.

Določanje

Količina vzorca za analizo, stehtana z natančnostjo 0,01 g, mora biti takšna, da je količina etanola v 100 ml destilata manjša od 1 g.

Stehtano količino vzorca razredčimo s približno 50 ml vode in kvantitativno prenesemo v balon za destilacijo, pri čemer uporabimo destilirano vodo (največ 120 ml).

S suspenzijo Ca(OH)_2 vzorec nevtraliziramo do pH 8. Da bi bilo vrenje enakomerno, dodamo nekaj steklenih kroglic. Destilacijo naravnamo tako, da destilat izteka iz kondenzatorja s temperaturo 15°C do 20°C v merilno bučko, v kateri je 10 ml vode. Destiliramo, dokler ne dobimo 80 ml do 85 ml destilata. Kondenzator in nastavki izperemo z nekaj kapljicami vode, nato merilno bučko dopolnimo do oznake (100 ml).

V erlenmajerico s prostornino 250 ml in brušenim zamaškom izmerimo s pipeto 20 ml raztopine kalijevega bikromata (V_1) in 20 ml žveplove kisline ($\rho_{20} = 1,836 \text{ g/cm}^3$). Ohlajeni zmesi dodamo 10 ml destilata (V_0) (pri tem posodo hladimo od zunaj). Bučko zamašimo z zamaškom, na katerega obrušeni del kanemo kapljico žveplove kisline. Vsebinsko dobro pretresemo in počakamo najmanj 30 minut, medtem pa od časa do časa pretresemo.

Ko dodajamo destilat, ne sme zmes dobiti zelene barve, tj. v njej mora biti prebitek bikromata. Če dobi zmes zeleno barvo, moramo oksidacijo ponoviti z manjšo količino destilata (npr. 5 ml), če je potrebno pa moramo ponoviti destilacijo z manjšo količino vzorca za analizo.

Vsako spremembo količine destilata in vzorca upoštevamo pri izračunavanju količine etanola. Zmes pustimo stati 30 minut v zamašeni erlenmajerici, nato jo titriramo z raztopino amonijevega železovega (II) sulfata, pri čemer postaja čedalje bolj zelena, dokler ne preide v zeleno modrikasto. Tedaj dodamo iz steklenice s kapalko 4 kapljice indikatorja železovega ortofenantrolina in titriramo naprej, dokler zeleno modra barva ne preide v rdeče rjavo. Zadnja sprememba je zelo hitra (1 kapljica) in pomeni konec titracije (V_2).

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Slepi preskus

Slepi preskus naredimo v enakih pogojih kot preskus, le da dodamo namesto vzorca destilirano vodo. Retitrirano količino amonijevega železovega (II) sulfata označimo kot V_3 .

Opomba: Če vsebuje vzorec premajhno količino etanola, uporabimo za oksidacijo manjšo količino kalijevega bikromata (npr. 5 ml in 10 ml), s tem da dodamo 15 ml oziroma 10 ml vode, kar moramo upoštevati pri izračunavanju.

Izračunavanje

a) Količina etanola pri trdnih izdelkih

$$\text{Količina etanola v odstotkih} = 0,01 \cdot V_1 \cdot \frac{V_3 - V_2}{V_3} \cdot \frac{100}{V_0} \cdot \frac{100}{m}$$

kjer je:

m - masa vzorca v g;

V_0 - prostornina destilata v ml;

V_1 - prostornina raztopine kalijevega bikromata, porabljenega za oksidacijo, v ml;

V_2 - prostornina raztopine amonijevega železovega (II) sulfata, porabljenega za retitracijo bikromata, v ml;

V_3 - prostornina raztopine amonijevega železovega (II) sulfata, porabljenega za titracijo pri slepem preskusu, v ml.

b) Količina etanola pri tekočih izdelkih

$$\text{Količina etanola v g/100 ml} = 0,01 \cdot V_1 \cdot \frac{V_3 - V_2}{V_3} \cdot \frac{100}{V_0} \cdot \frac{100}{V_4}$$

kjer imajo V_0 , V_1 , V_2 in V_3 enak pomen kot pri prejšnjem izračunavanju, V_4 pa je prostornina vzorca v ml.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 1 % relativne vrednosti povprečno ugotovljene vrednosti.

Opomba: Če so v destilatu etanola olja, je destilat moten, s kapljicami olja po površini. V takem primeru prenesemo destilat v merilno bučko s prostornino 100 ml in pustimo stati dve uri. Nato ga dopolnimo z vodo tako, da je oznaka med obema plastema in pustimo še dve uri. Nabrano količino olja odstranimo tako, da jo odsesamo s pipeto ali filtriramo skozi filtrirni papir, pri čemer lij pokrijemo z urnim steklom. Filtrat, ki je še moten, damo z 10 g granuliranega polistirena (zrnca 1-2 mm) v erlenmajerico, premešamo in tresemo v zamašeni erlenmajerici 15 minut, zatem pa ga precedimo skozi gazo v pokritem liju. Raztopina mora biti bistra in skoraj povsem brez vonja. Določanje nadaljujemo po že opisanem postopku te metode.

2.2.10 Določanje kloridov v vrtninah

Princip in uporaba

Skupne kloride določamo tako, da dodamo prebitek standardne raztopine srebrovega nitrata znanega titra. Prebitek srebrovega nitrata retitriramo z raztopino kalijevega tiocianata znanega titra.

Količino kloridov izrazimo v odstotkih mase natrijevega klorida.

Metodo uporabljamo za določanje skupnih kloridov v zelenjavnih izdelkih.

Če vsebuje izdelek naravne pigmente - antocianine, metodo uporabljamo z opisano modifikacijo.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) homogenizator ali terilnico (možnar);
- 2) čašo s prostornino 250 ml;
- 3) merilni bučki s prostornino 100 ml in 250 ml;
- 4) polnilne pipete s prostornino 1, 5, 20 in 25 ml;
- 5) erlenmajerico s prostornino 250 ml;
- 6) bireto s prostornino 25 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino srebrovega nitrata c (AgNO_3) = 0,1 mol/l srebrov nitrat sušimo 2 uri pri temperaturi 150 °C in pustimo, da se ohladi v eksikatorju. 16,9875 g srebrovega nitrata raztopimo v vodi v 1000 ml merilni bučki in dopolnimo z vodo do oznake;
- 2) železov (III) amonijev sulfat $[(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2 (\text{SO}_4)_3 \cdot 24 \text{H}_2\text{O}]$: uporabimo nasičeno raztopino, nakisano s 5 ml dušikove kisline ($\rho_{20} = 1,39$ do $1,42 \text{ g/cm}^3$) za 100 ml raztopine;
- 3) raztopino kalijevega tiocianata s c (KSCN) = 0,1 mol/l: v merilni bučki s prostornino 1000 ml raztopimo v vodi 9,72 g kalijevega tiocianata in dopolnimo z vodo do oznake. To raztopino standardiziramo z raztopino srebrovega nitrata (1) v prisotnosti raztopine železovega (III) amonijevega sulfata (2);
- 4) nitrobenzen;
- 5) raztopino dušikove kisline: en prostorninski del dušikove kisline ($\rho_{20} = 1,39$ do $1,42 \text{ g/cm}^3$) raztopimo v treh prostorninskih delih vode.

Priprava vzorca

Izdelki z jasno izraženo tekočo in trdno fazo - Če je specifikacija, določamo v fazi, ki je navedena v specifikaciji. Če ni specifikacije, ves laboratorijski vzorec premešamo in določamo na homogeniziranem vzorcu.

Tekoči izdelki - Vzorec dobro premešamo.

Gosti, kašasti in trdni izdelki - Vzorec zmeljemo ali homogeniziramo v homogenizatorju ali terilnici ter dobro premešamo.

Določanje

25 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g v čašo s prostornino 250 ml in med mešanjem dodamo 100 ml tople vode. Mešamo naprej, dokler vsebina ne postane homogena, nato segrevamo, da zavre in pustimo vreti eno minuto. Vsebino čaše ohladimo in kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml ter nato dopolnimo z vodo do oznake. Dobro premešamo, pustimo 15 minut, nato pa filtriramo skozi naguban filtrirni papir v isto in suho erlenmajerico. To je filtrat F.

Titracija

V erlenmajerico odmerimo s pipeto 20 ml filtrata F in dodamo 5 ml raztopine dušikove kisline in 5 ml raztopine železovega (III) amonijevega sulfata. Nato z bireto dodamo določeno prostornino (V_1) raztopine srebrovega nitrata, ki zadostuje, da obori klorove ione in 5 ml do 10 ml prebitka. Dodamo 3 ml nitrobenzena in dobro pretresemo, da usedlina koagulira.

Opomba: Pri delu z nitrobenzenom, ki je toksičen, moramo biti previdni.

Prebitek srebrovega nitrata retitriramo s kalijevim tiocianatom, dokler ne dobimo rdeče rjave oborine, ki mora biti obstojna 5 minut. Označimo prostornino porabljenega raztopine kalijevega tiocianata (V_2).

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino kloridov, izraženo kot odstotek natrijevga klorida, izračunamo po formuli:

$$\frac{0,5845 \cdot (V_1 - V_2) \cdot V_3}{m \cdot V_4}$$

kjer je:

V_1 - prostornina porabljenega srebrovega nitrata v ml;

V_2 - prostornina porabljenega kalijevega tiocianata v ml;

V_3 - prostornina razredčenega filtrata v ml;

V_4 - prostornina alikvotnega dela razredčenega filtrata, vzetega za titracijo, v ml;

m - masa vzetega vzorca v g.

Opomba: 1) Če raztopina kalijevega tiocianata ni točno 0,1 mol/l, vzamemo za V_2 ustrezno korekturo.

2) Če je $V_3 = 250$ ml in $V_4 = 20$ ml, lahko uporabimo enostavnejšo formulo:

$$\frac{7,30625 \cdot (V_1 - V_2)}{m}$$

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti. Rezultat izrazimo na dve decimalki.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,05 g natrijevga klorida na 100 g izdelka.

Opomba: Če so v izdelku antocianini, uporabljamo pri določanju kloridov modificirano metodo, po kateri se antocianini pred titracijo odstranijo na sledeč način:

Reagenti

Poleg reagentov, navedenih pri metodi pod točko 2.10, uporabljamo še:

- 1) raztopino kalijevega permanganata (KMnO_4), nasičeno: približno 6,5 g kalijevega permanganata raztopimo v 100 ml vode;
- 2) natrijev nitrit ali kalijev nitrit, kristaliziran.

Postopek

V erlenmajerico odmerimo s pipeto 20 ml filtrata F (dobljenega po postopku, opisanem pri metodi za določanje kloridov), nato dodamo 20 ml dušikove kisline in točno 20 ml raztopine srebrovega nitrata (V_1). Zmes segrevamo, dokler ne zavre, in pustimo vreti dve do tri minute. Segrevamo naprej in postopoma dodajamo 0,5 ml do 1 ml KMnO_4 , dokler ne dodamo skupaj 5 ml do 10 ml. Raztopina mora postati brezbarvna. Kolikor pa ne postane brezbarvna, pa dodamo nekaj kristalčkov natrijevega nitrata ali kalijevega nitrata, da se razbarva. Raztopino pustimo vreti še 5 minut, jo ohladimo, vlijemo 5 ml kisle raztopine železovega (III) amonijevega sulfata $[(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$ in postopek določanja nadaljujemo, kot je opisano pod točko Titracija, le da ni treba dodajati nitrobenzena.

2.2.11 Določanje pektinov s kolorimetrijsko metodo**Princip in uporaba**

Skupne pektinske snovi oborimo z etanolom. Ko dodamo karbazol, se pojavi rdeča barva, ki jo izmerimo s spektrofotometrom na 535 nm.

To metodo uporabljamo za določanje pektinskih snovi v sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajnega laboratorijskega pribora uporabljamo še:

- 1) fotometer ali spektrofotometer za delo v vidnem delu spektra;
- 2) centrifugo s 3.000 vrtljaji v minuti, ki ima graduirane centrifugirne epruvete, s prostornino 50 ml;
- 3) homogenizator;
- 4) vodno kopel s termoregulatorjem;
- 5) bučke z okroglim dnom in brušenim vratom s prostornino 1 ali 2 l, povratni hladilnik z brušenim nastavkom;
- 6) stekleno palčko z gumeno cevko na koncu;
- 7) jeklenko s komprimiranim zrakom ali dušikom z redukcijskim ventilom;
- 8) led;
- 9) bireto s prostornino 50 ml;
- 10) epruvete z debelimi stenami in steklenimi brušenimi zamaški, bakreno držalo s 4 epruvetami, ki lahko rabi za vzdrževanje temperature, in leseno stojalo za epruvete;
- 11) merilne bučke s prostornino 100 ml;
- 12) graduirane pipete s prostornino 1 ml in 5 ml;
- 13) polnilne pipete s prostornino 1 ml, 10 ml in 15 ml;
- 14) analitsko tehtnico;
- 15) filtrirni papir.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) etanol, absolutni;
- 2) etanol, 96 %-ni;
- 3) etanol, 63 %-ni: 100 ml destilirane vode pomešamo z 200 ml 96 %-nega etanola.

Čiščenje 96 %-nega etanola: 1 liter 96 %-nega etanola s 4 g cinka v prahu in 2 ml koncentrirane žveplove kisline kuhamo 24 ur v bučki z okroglim dnom, spojeni s povratnim hladilnikom, destiliramo, nato pa dodamo 4 g cinka v prahu in 4 g kalijevega hidroksida;

4) raztopino natrijevega hidroksida s $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$;

5) žveplovo kislino, koncentrirano $\rho_{20} = 1,83 \text{ g/ml}$; če dodamo karbazol, se ne sme obarvati;

6) boraksovo raztopino: 0,250 g boraksa ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$) raztopimo v 100 ml H_2SO_4 . Segrevamo, dokler se ne pojavi žveplov dioksid (SO_2), nato dodamo 0,15 g karbamida $[\text{CO}(\text{NH}_2)_2]$. Ohladimo in prenesemo v merilno bučko s prostornino 100 ml, nato dopolnimo z žveplovo kislino do oznake $\rho_{20} = 1,839 \text{ g/cm}^3$;

7) raztopino 0,15 %-nega karbazola ($\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_4\text{C}_6\text{H}_4$) v etanolu: v merilni bučki s prostornino 100 ml raztopimo v etanolu 0,15 g karbazola, poprej kristaliziranega v toluenu in dopolnimo z etanolom (absolutnim) do oznake. Z mešanjem 0,2 ml karbazolove raztopine, 6 ml žveplove kisline in 1 ml destilirane vode moramo dobiti raztopino, ki je bistra približno kot voda.

(Karbazolovo raztopino hranimo v temni steklenici pri temperaturi 4°C . Raztopina je obstojna 12 tednov);

8) fosforjev pentoksid;

9) galakturonsko kislino, monohidrat $[(\text{HOCH}/\text{CHOH})_3 \cdot \text{CH}(\text{COOOH}) \cdot \text{O} \cdot \text{H}_2\text{O}]$ z molekulsko maso 212,16. Čistočo kisline preverimo tako, da 0,500 g kisline titriramo z 0,1 mol/l natrijevega hidroksida do pH 8;

10) standardno raztopino: odtehtamo 0,1205 g galakturonske kisline, ki smo jo s P_2O_5 5 ur sušili v vakuumu pri 20°C in kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 1000 ml. Dodamo 0,5 ml raztopine natrijevega hidroksida in dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Pretresemo in pustimo čez noč.

1 ml te raztopine vsebuje 100 μg anhidrida galakturonske kisline.

V 7 merilnih bučk s prostornino 100 ml odmerimo s pipeto po: 10, 20, 30, 40, 50, 60 in 70 ml standardne raztopine. Dopolnimo do oznake z destilirano vodo in pretresemo. Dobljena raztopina vsebuje 10, 20, 30, 40, 60, 50, 60 in 70 $\mu\text{g/ml}$ anhidrida galakturonske kisline.

Postopek določanja

OBARJANJE SKUPNIH PEKTINOV

Priprava vzorca

Ko sadje in vrtnine operemo in osušimo, homogeniziramo laboratorijski vzorec 3 minute v homogenizatorju.

Odvisno od količine pektinskih snovi v izdelku, odtehtamo 0,5 g do 15 g vzorca, pripravljenega za analizo in damo v centrifugirno epruveto (vzamemo 10 g svežega sadja ali vrtnin, 15 ml soka, 4 g zgoščenega sadnega soka ali citrus baze oziroma sadne baze, 2 g paradižnikovega koncentrata oziroma 0,5 g do 1 g izdelkov, obogatenih s pektinom).

Goste in pastozne izdelke razredčimo z 12 ml destilirane vode. Epruveto dopolnimo do 40 ml s 96 %-nim etanolom, ki smo ga poprej na vodni kopeli ob občasnem mešanju s stekleno palčko segreli do 75°C . Stekleno palčko nato izperemo s 5 ml 96 %-nega etanola.

Epruveto uravnotežimo in vsebino centrifugiramo 15 minut s 3000 vrtljaji v minuti. Z dekantiranjem odstranimo etanol iz usedline. Nato usedlino skupnih pektinov izperemo tako, da uporabimo namesto 96 %-nega etanola 63 %-ni etanol.

Usedlino izpiramo, dokler ne ugotovimo, da v dekantiranem etanolu ni sladkorja (reakcija s Fehlingovo raztopino).

Vso usedlino kvantitativno prenesemo z destilirano vodo v merilno bučko s prostornino 100 ml. Dodamo 5 ml 1 mol/l raztopine natrijevega hidroksida in dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Vsebino premešamo in pustimo 15 minut, medtem pa jo od časa do časa premešamo. Tekočino nato filtriramo in vzamemo alikvotni del filtrata za kolorimetrijsko določanje.

Kolorimetrijsko določanje pektinskih snovi

V tri epruvete s steklenimi brušenimi zamaški odmerimo s pipeto po 6 ml koncentrirane žveplove kisline, ohlajene pri 0 °C. Dodajamo po kapljicah 1 ml raztopine, ki jo analiziramo in pri temperaturi, nižji od 4 °C, močno pretresemo.

Epruvete nato segrevamo na vroči vodni kopeli točno 6 minut, nato jih hladimo v ledu 15 minut. V dve epruveti dodamo po 0,2 ml karbazolove raztopine (15 %), v tretjo pa vlijemo 0,2 ml absolutnega etanola in dobro premešamo.

Vse tri epruvete pustimo 30 minut pri 25 °C (v termostatu), nato pa v 10 ml kiveti pri valovni dolžini 535 nm izmerimo optično gostoto rdeče obarvane raztopine proti slepemu preskusu.

Priprava umeritvene krivulje

Odmerimo po 1 ml standardne raztopine in ravnamo, kot je opisano pri kolorimetrijskem določanju. Pripravimo umeritveno krivuljo $A = f(c)$. Na abscisi označimo koncentracije anhidrida galakturonske kisline, izražene v µg/ml, na ordinato pa nanese optično gostoto (E).

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanja.

Izračunavanje

Količina anhidrida galakturonske kisline (x), izražena v mg/kg ali mg/l izdelka, je enaka:

$$x = \frac{A \cdot 100}{\emptyset}$$

kjer je:

A - količina pektinske snovi, odčitana na umeritveni krivulji;

Ø - stehtana količina vzorca, vzeta za analizo v g ali ml.

Izračunano vrednost, pomnoženo s koeficientom 1,37, pretvorimo v mg pektinov/kg izdelka.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 6 % povprečno ugotovljene vrednosti.

2.2.12 Določanje alkalnosti skupnega in v vodi topnega pepela**Definicija**

Z alkalnostjo skupnega pepela so mišljeni miliekvivalenti kisline, potrebni za nevtralizacijo pepela iz 100 g vzorca.

Alkalnost skupnega pepela lahko definiramo tudi kot alkalično število. Z alkaličnim številom je mišljeno število mililitrov enomolske monobazne kisline, potrebnih za nevtralizacijo 1 g pepela iz vzorca.

Z alkalnostjo v vodi topnega pepela je mišljeno število mililitrov enomolske monobazne kisline, potrebnih za nevtralizacijo vodnega ekstrakta pepela iz 100 g vzorca.

Princip in uporaba**Skupni pepel**

Vzorec sežgemo pri temperaturi 525 °C ± 25 °C, nato količino alkalij v pepelu nevtraliziramo z žveplovo kislino znanega titra z metiloranžem kot indikatorjem.

V vodi topen pepel

Vzorec sežgemo pri temperaturi $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, pepel pa ekstrahiramo z vročo vodo. Vodni ekstrakt pepela nevtraliziramo z žveplovo kislino znanega titra z metiloranžem kot indikatorjem.

Metodo uporabljamo za določanje alkalnosti skupnega in v vodi topnega pepela v sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) sežigalno posodo iz kremenca ali drugega proti koroziji odpornega materiala;
- 2) električno mufelsko peč s termoregulacijo $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 3) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 4) bireto;
- 5) analitsko tehtnico.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino žveplove kisline znanega titra, $c(1/2\text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1\text{ mol/l}$;
- 2) raztopino natrijevega hidroksida znanega titra, $c(\text{NaOH}) = 0,1\text{ mol/l}$ (za skupni pepel);
- 3) indikator: dodamo 4 ml raztopine metilenskega modrila s koncentracijo 10 g/l na 100 ml raztopine metiloranža s koncentracijo 1 g/l (znan kot indikator Toshio).

A) Določanje alkalnosti skupnega pepela**Priprava vzorca**

Laboratorijski vzorec dobro premešamo in homogeniziramo. Zamrznjeni vzorec poprej odtajamo, tekočino, ki pri tem izteče, pa mu dodajamo pred homogenizacijo.

Količina vzorca za analizo

5 g do 10 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 1 mg v sežigalno posodo, ki smo jo poprej žarili in stehali z natančnostjo 0,1 mg.

Opomba: Če gre za tekoči izdelek, merimo količino vzorca za analizo po prostornini s 5 ml do 10 ml pipeto, kar upoštevamo pri izračunavanju na 100 ml vzetega vzorca.

Sežiganje

Vzorec v posodi, če je treba, poprej uparimo, nato pa sežigamo v mufelski peči pri $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, dokler pepel ne postane sivo bel. Posodo s pepelom ohladimo v eksikatorju in stehamo z natančnostjo 0,1 mg.

V pepel dodamo 10 ml do 15 ml žveplove kisline znanega titra. To je prostornina V. Dobljeno raztopino s toplo vodo kvantitativno prenesemo v erlenmajerico s prostornino 200 ml in segrevamo, dokler ne zavre. Vsebinsko nato ohladimo, dodamo 2 kapljici indikatorja in titriramo z 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida do spremembe barve. To je prostornina V_1 . Z raztopino 0,1 mol/l H_2SO_4 titriramo do nevtralnega odtenka (V_2).

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

*B) Določanje alkalnosti v vodi topnega pepela***Priprava vzorca**

Vzorec pripravimo enako kot vzorec pri določanju alkalnosti skupnega pepela.

Določanje

V sežigalno posodico, ki smo jo poprej žarili v mufelski peči pri $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, ohladili in stehtali z natančnostjo 0,1 mg, damo 5 g do 10 g pripravljenega vzorca (stehtanega z natančnostjo 1 mg).

Opomba: Če gre za tekoči izdelek, merimo količino vzorca za analizo po prostornini s 5 ml do 10 ml pipeto, kar upoštevamo pri izračunavanju na 100 ml vzetega vzorca.

Sežiganje

Posodo z vzorcem sežigamo v mufelski peči pri $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, dokler pepel ne postane sivo bel. Posodo s pepelom ohladimo v eksikatorju in stehtamo z natančnostjo 0,1 mg.

Ekstrakcija s toplo vodo

V pepel dodamo 20 ml vroče vode in filtriramo skozi filtrirni papir; medtem pa nekajkrat izpiramo z vročo vodo. Dobljeni filtrat ohladimo, dodamo dve do tri kapljice indikatorja in titriramo z 0,1 mol/l raztopino žveplove kisline. To je prostornina V_1 .

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje**a) Alkalnost skupnega pepela**

Alkalnost skupnega pepela, izraženo v milimolih na 100 g vzorca, izračunamo po formuli:

$$\frac{(V - V_1 + V_2)}{10} \cdot \frac{100}{m}$$

Alkalično število skupnega pepela v vzorcu, izraženo v mililitrih enomolske monobazne kisline na 1 g pepela, izračunamo po formuli:

$$\frac{(V - V_1 + V_2)}{10} \cdot \frac{100}{m_1}$$

kjer je:

V - prostornina dodane raztopine žveplove kisline $c(1/2\text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1\text{ mol/l}$ v ml;

V_1 - prostornina raztopine natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1\text{ mol/l}$, porabljene za titracijo, v ml;

V_2 - prostornina raztopine žveplove kisline $c(1/2\text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1\text{ mol/l}$ v ml;

m - masa vzorca v g;

m_1 - masa pepela v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

b) Alkalnost v vodi topnega pepela

Alkalnost v vodi topnega pepela, izraženo v milimolih na 100 g vzorca, izračunamo po formuli:

$$\frac{V'_1}{10} \times \frac{100}{m}$$

Alkalično število, izraženo v mililitrih enomolske raztopine monobazne kisline na 1 g pepela, izračunamo po formuli:

$$\frac{V'_1}{10} \times \frac{100}{m'_1}$$

kjer je:

V'_1 - prostornina raztopine žveplove kisline c ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) = 0,1 mol/l v ml uporabljena za titracijo v vodi topnega pepela v ml;

m' - masa vzorca, vzetega za določanje v vodi topnega pepela v g;

m - masa pepela, dobljenega s sežiganjem pri določanju v vodi topnega pepela, v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,1 miliekvivalenta na 100 g vzorca ali na 1 g pepela.

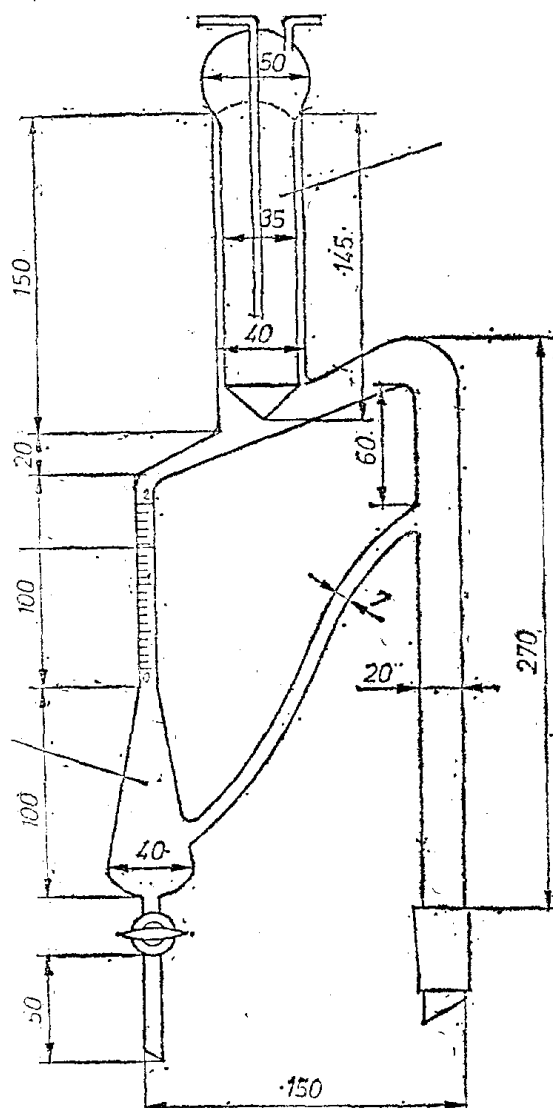
2.2.13 Določanje eteričnih olj**Princip in uporaba**

Ta metoda temelji na izločanju eteričnih olj pri podaljšanem vretju vzorca, ki ga analiziramo, z vodno paro, ki se kot destilat kondenzira in steka v graduirano cev. Vzorec je lahko razredčen ali ne. Po hlajenju direktno odčitamo prostornino eteričnih olj izločenih iz destilata. Metodo uporabljamo za določanje eteričnih olj v izdelkih iz citrusov (sokovih, zgoščenih sadnih sokovih, citrus bazah, sirupih idr.).

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aparat, ki omogoča izločanje eteričnih olj in njihovo kondenzacijo ter zbiranje kondenzata v graduirani cevi s prostornino 4 ml in z razdelki 0,05 ml (slika 3).
- 2) balon s prostornino 3 l z brušenim vratom, primeren za priključitev na aparaturu.



Slika 3. Aparat za izločanje eteričnih olj in kondenzacijo le-teh

Priprava vzorca

Vzorec pripravimo takole:

- 1) *pri izdelkih z malo eteričnih olj* (z manj kot 0,1 ml na 100 g ali 100 ml izdelka) kot sledi;
 - *pri tekočih izdelkih* - vzorec dobro premešamo;
 - *pri gostih izdelkih* (sirup, pulpa idr.) - odtehtamo količino laboratorijskega vzorca in pomešamo z enako količino vode;
- 2) *pri izdelkih, bogatih z eteričnimi olji* - vzorec razredčimo z vodo tako, da raztopina vsebuje manj kot 0,1 ml eteričnega olja v 100 mg ali 100 ml izdelka;
- 3) *pri izdelkih, zelo bogatih z eteričnimi olji* (citrus baze za osvežilne pijače) - odtehtano količino vzorca pazljivo homogeniziramo, nato razredčimo z vodo tako, da ne vsebuje več kot 0,1 ml eteričnega olja v 100 g ali 100 ml izdelka. Nato vzorec premešamo z mehničnim mešalnikom z veliko hitrostjo, da se izognemo ločevanju faz;
- 4) *pri plodovih citrusov* - olupljen plod razrežemo na drobne koščke in ravnamo naprej kot je predpisano za pripravo vzorca za izdelke bogate z eteričnimi olji, ker je sestavni del te metode.

Količina vzorca za analizo

Vzeti moramo količino vzorca, ki zadostuje za 2 l vzorca za analizo.

Priprava aparature

Skozi hladilnik spustimo vodo in če konstrukcija aparature to omogoča, navlažimo njegovo notranjo stran s sredstvom za zmanjšanje površinske napetosti oziroma s sekundarnim natrijevim alkisulfatom. V graduirano epruveto vlijemo malo destilirane vode, samo epruveto pa med postopkom potopimo v večjo čašo z mrzlo vodo.

Določanje

2 l vzorca za analizo damo v balon, ki ga priključimo na aparaturu in začnemo segrevati. Ko raztopina zavre, naravnomo segrevanje tako, da se kondenzira po 1 kapljica v sekundi.

Raztopino pustimo vreti 1 do 3 ure, pri čemer eterična olja zbiramo v graduirani cevi. Ko se prostornina eteričnega olja v graduirani epruveti neha povečevati, ponavadi po 15 do 30 minutah, prekinemo segrevanje, eterično olje v graduirani cevi pa pustimo, da se ohladi.

Potem hladilnik izperemo, vodo pa postopoma izpuščamo skozi pipo, dokler ne pride spodnja meja eteričnih olj na ničlišče, nato odčitamo prostornino eteričnih olj v mililitrih pri temperaturi 20 °C.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

a) Vzorec, merjen po prostornini

Količino eteričnih olj, izraženo v prostorninskih odstotkih, izračunamo po formuli:

$$\frac{V_1}{V_0} \times 100$$

kjer je:

V_0 - prostornina vzorca v 2 l vzorca za analizo, izražena v ml;

V_1 - prostornina eteričnih olj, ki se določajo, v ml.

b) Vzorec, merjen po masi

Količino eteričnih olj, izraženo v ml na 100 g izdelka, izračunamo po formuli:

$$\frac{V_1}{m} \times 100$$

kjer je:

V_1 - prostornina eteričnega olja v ml;

m - masa vzorca v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 5,0 % relativne vrednosti povprečno ugotovljene vrednosti.

2.2.14 Določanje etrskega ekstrakta začimbne paprike

Princip in uporaba

Iz posušenega vzorca ekstrahiramo v etiletru topne snovi.
Metodo uporabljamo za začimbe iz zmlete paprike.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) ekstrakcijski tulec;
- 2) sušilnik z avtomatično regulacijo temperature pri $95\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$;
- 3) vodno kopel;
- 4) Soxletov aparat;
- 5) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 6) pipete s prostornino 25 ml;
- 7) analitsko tehtnico.

Reagenti

Kot reagent uporabljamo etileter.

Določanje

Odtehtamo z natančnostjo 0,1 g približno 5 g zmlete začimbne paprike in sušimo 5 ur v sušilniku pri temperaturi $95\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. V tulec Soxletovega aparata odtehtamo z natančnostjo $\pm 0,0001$ g približno 5 g posušenega vzorca in ekstrahiramo 8 ur z etiletrom.

Destiliramo etileter, ostanek v bučki Soxletovega aparata pa posušimo v sušilniku pri temperaturi $95\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ do konstantne mase. Posodo s posušenim ekstraktom ohladimo v eksikatorju, nato stehtamo z natančnostjo $\pm 0,0001$ g.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Odstotek etrskega ekstrakta izračunamo po formuli:

$$\text{odstotek etrskega ekstrakta} = \frac{\text{masa ekstrakta}}{\text{masa vzorca}} \cdot 100$$

Etrski ekstrakt izrazimo v odstotkih, računano na neto maso izdelka.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

2.2.15 Določanje L-askorbinske kisline

Princip in uporaba

2,6-p-diklorfenolindofenol oksidira askorbinsko kislino v dehidroaskorbinsko, dokler barva reagenta ne preide v brezbarvno levkobazo in rabi hkrati tudi kot indikator te redoksreakcije.
Metodo uporabljamo za določanje askorbinske kisline v sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) čaše s prostornino 100 ml in 250 ml;
- 2) merilne valje s prostornino 100 ml in 200 ml;
- 3) polnilne pipete s prostornino 1, 2, 5, 10, 20 in 25 ml;

- 4) graduirane pipete s prostornino 2,5 ml in 10 ml;
- 5) merilne bučke s prostornino 100, 200 in 250 ml;
- 6) bireto s prostornino 50 ml;
- 7) erlenmajerice s prostornino 50, 200 in 250 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) metafosforjevo kislino - očetno kislino ($\text{HPO}_3\text{-HOAc}$): odtehtamo 15 g sveže pulveriziranega HPO_3 in raztopimo z mešanjem v 40 ml HOAc in 200 ml H_2O ; razredčimo z vodo do 500 ml in hitro filtriramo skozi nagubani filtrirni papir v steklenico (reagent 1). HPO_3 se počasi spreminja v H_3PO_4 , če pa ga hranimo v hladilniku, je raztopina obstojna 7 do 10 dni;
- 2) metafosforjevo kislino - očetno kislino - žveplovo kislino ($\text{HPO}_3\text{-HOAc-H}_2\text{SO}_4$): pripravimo jo enako kot za reagent 1, le da uporabimo namesto vode raztopino žveplove kisline c ($1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$) = 0,3 mol/l (reagent 2);
- 3) standardno raztopino askorbinske kisline s koncentracijo 1 mg/ml: neposredno pred uporabo odtehtamo točno 50 mg askorbinske kisline (ki jo hranimo v eksikatorju, zavarovanem pred dnevno svetlobo) in prelijemo v merilno bučko s prostornino 50 ml, nato pa bučko dopolnimo do oznake z reagentom 1 ($\text{HPO}_3\text{-HOAc}$);
- 4) standardno raztopino indofenola: 50 mg 2,6 diklorindofenola Na-soli (ki je v eksikatorju nad natrijevim karbonatom) raztopimo v 50 ml H_2O , ki smo ji dodali 42 mg NaHCO_3 . Močno pretresemo in ko se barvilo raztopi, razredčimo z vodo do 200 ml. Skozi nagubani filtrirni papir filtriramo v temno steklenico (varujemo pred dnevno svetlobo in hranimo v hladilniku). Razkrojni produkti, ki se s časoma pojavijo v nekaterih vzorcih indofenola, dobljenega s sušenjem, se lahko pojavijo tudi v končni raztopini indofenola in povzročijo, da je konec titracije nejasen.

Ali je diklorindofenol v redu, kontroliramo tako, da v 15 ml reagenta indofenola dodamo točno 5 ml ekstrahirane raztopine, ki vsebuje pribitek askorbinske kisline. Če reducirajoča raztopina ni brezbarvna jo vržemo proč in naredimo novo osnovo raztopino. Če je napaka v posušeni substanci (indofenolu) pa vzamemo novo kemikalijo.

Za titracijo z diklorfenolom vzamemo trikrat po 2 ml standardne raztopine askorbinske kisline in prenesemo v erlenmajerice s prostornino 50 ml, v katerih je po 5 ml $\text{HPO}_3\text{-HOAc}$ (reagent 1) in hitro titriramo z raztopino indofenola (iz 50 ml birete), dokler ni jasno vidna rožnata barva obstojna 5 sekund. Za vsako titracijo potrebujemo približno 15 ml raztopine indofenola, razlika med posameznimi titracijami pa ne sme biti večja od 0,1 ml.

Slepi preskus

Za tri vzorce slepega preskusa pripravimo po 7 ml $\text{HPO}_3\text{-HOAc}$ in približno 15 ml vode (tako da je prostornina približno enaka kot pri titraciji standardne raztopine z indofenolom). Porabo indofenolove raztopine za slepi preskus (ponavadi znaša približno 0,1 ml) odštejemo od porabljene standardne raztopine, uporabljene za titracijo.

Titer indofenolove raztopine izrazimo v številu militrov askorbinske kisline, ki je ekvivalentna 1 ml reagenta.

Indofenolno raztopino vsak dan standardiziramo s sveže pripravljeno raztopino askorbinske kisline;

- 5) timol modro 0,04 %-no, ki je indikator pH: 0,1 g indikatorja timol modrega s trenjem v homogenizatorju raztopimo v 10,75 ml raztopine natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,02 mol/l. Dobljeno raztopino razredčimo z vodo do 250 ml. Meja prehoda: barva reagenta je pri pH 1,2 je rdeča, pri pH 2,8 pa rumena.

Ugotavljanje količine alkalnih substanc

Določeni količini pripravljenega homogeniziranega vzorca dodamo 25 ml raztopine $\text{HPO}_3\text{-HOAc}$ (reagent 1). Nato z indikatorjem timol modrim preskusimo pH tako, da kanemo nekaj kapljic na urno steklo (pH večji od 1,2 kaže, da so znatne količine alkalnih substanc). Tekoče vzorce pred ugotavljanjem količine alkalnih substanc z indikatorjem timol modrim razredčimo s približno dvakratno količino raztopine $\text{HPO}_3\text{-HOAc}$ (reagent 1).

Priprava vzorca za določanje

a) praškasti vzorec, ki ne vsebuje znatnejših količin alkalnih substanc, pripravimo tako, da ga homogeniziramo z reagentom ($\text{HPO}_3 - \text{HOAc}$) in razredčimo z istim reagentom do določene prostornine, tako da vsebuje količina vzorca za analizo od 10 mg do 100 mg askorbinske kisline v 100 ml. To prostornino označimo kot V (ml). Za ekstrakcijo vzamemo 10 ml raztopine na 1 g vzorca.

Tekoče in bistre vzorce pripravimo tako, da alikvotni del vsebuje približno 100 mg askorbinske kisline v vzorcu.

b) Praškasti vzorec, ki vsebuje znatne količine alkalnih substanc: pH pripravljenega vzorca naravnamo s $\text{HPO}_3 - \text{HOAc} - \text{H}_2\text{SO}_4$ (reagent 2) tako, da znaša približno 1,2, razredčimo s $\text{HPO}_3\text{-HOAc}$ (reagent 1), tako da 100 ml vzorca vsebuje 10 mg do 100 mg askorbinske kisline. To prostornino označimo kot V (ml).

Določanje s titracijo

Tri paralelne vzorce, od katerih vsak vsebuje približno 2 mg askorbinske kisline in slepi vzorec titriramo kot pri določanju standardne raztopine. Če je prostornina alikvotnega dela (ki vsebuje približno 2 mg askorbinske kisline) manjša od 7 ml, moramo dodati raztopino $\text{HPO}_3\text{-HOAc}$ (reagent 1), tako da je prostornina za titracijo 7 ml.

Izračunavanje

Količina askorbinske kisline v 1 g ali 1 ml vzorca

$$= (X - B) \times \left(\frac{F}{E} \right) \times \left(\frac{V}{Y} \right)$$

kjer je:

X – povprečni mililitri za titracijo;

B – povprečni mililitri za titracijo pri slepem preskusu;

E – mg askorbinske kisline, ekvivalentni 1,0 ml standardne raztopine diklorfenolindofenola;

E – količina vzorca, vzetega za postopek, v g ali ml;

V – prostornina začetne analizirane raztopine;

Y – prostornina alikvotnega dela titriranega vzorca.

Opomba: Pri izdelkih, ki vsebujejo železo (Fe), kositer (Sn) in baker (Cu), dobimo po tej metodi kot rezultat večjo količino askorbinske kisline. Z enostavnim preskusom lahko ugotovimo, ali je količina reducirajočih ionov tolikšna, da ovira takšno določanje.

Preskus, ali so prisotni ioni Fe, Cu in Sn, naredimo takole: 2 kapljici 0,05 %-ne vodne raztopine metilenskega modrila dodamo v 10 ml sveže pripravljene zmesi (1 + 1) raztopine vzorca in $\text{HPO}_3\text{-HOAc}$ (reagent 1) ter mešamo. Če barva indikatorja metilenskega modrila zgine v 5 do 10 sekundah, to pomeni, da so prisotni ioni Fe ali Cu. Kositer (Sn) ne reagira tako, zato ugotovimo prisotnost njegovih ionov takole: v 10 ml vzorca, pomešanega z 10 ml HCl (1 + 3), dodamo 5 kapljic 0,05 %-ne vodne raztopine indigo karmina in premešamo. Če barva zgine v 5 do 10 sekundah, pomeni, da je prisoten kositer (Sn) ali druga interferenčna substanca.

2.2.16 Določanje skupnega žveplovega dioksida

Princip in poraba

Vzorec za analizo nakisamo in segrevamo, nato pa v toku dušika izganjamo sproščeni žveplov dioksid. Žveplov dioksid absorbiramo in oksidiramo v izpiralki z nevtralno raztopino razredčenega vodikovega peroksida. Količino tako nastale žveplove kisline določamo s titracijo z raztopino natrijevega hidroksida.

Količino ugotovimo na podlagi obarjenega barijevega sulfata iz raztopine glede na delež žveplovega dioksida, in sicer:

- z merjenjem mase barijevega sulfata (točka A);
- z nefelometrijskim določanjem (točka B).

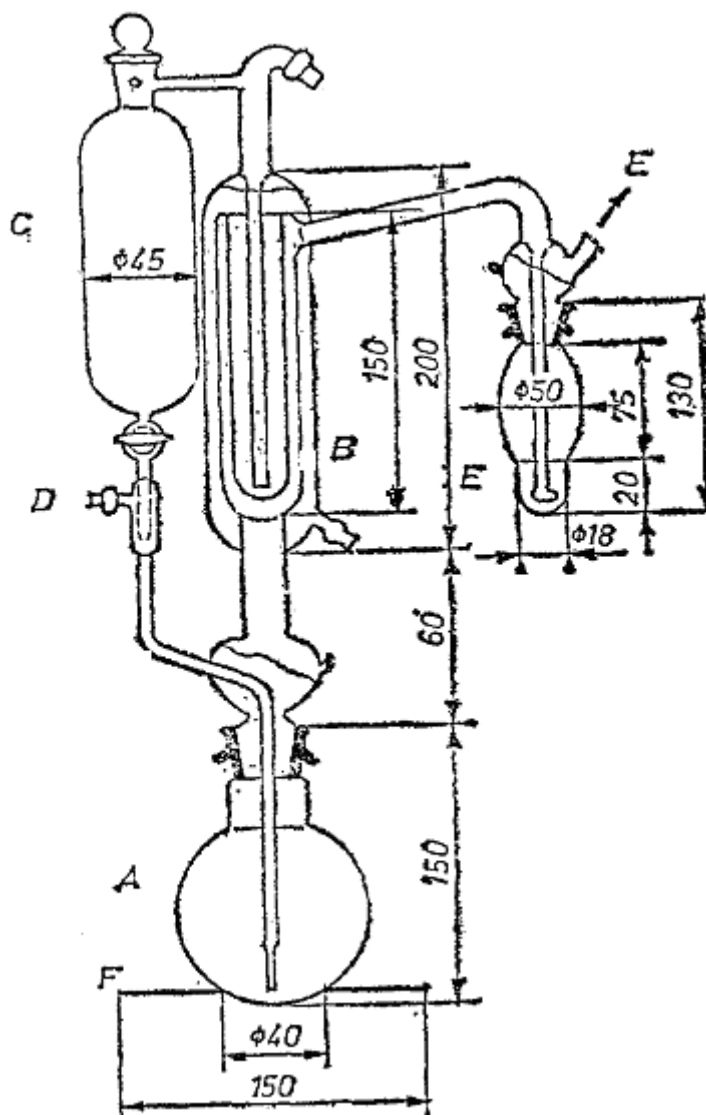
Metodo uporabljamo pri določanju količine skupnega žveplovega dioksida v sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) graduirane epruvete;
- 2) pipete s prostornino 10 ml;
- 3) semimikrobirete s prostornino 10 ml;
- 4) bireto s prostornino 25 ml;
- 5) homogenizator;
- 6) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 7) aparaturo za določanje količine žveplovega dioksida (slika 4) z naslednjimi deli:
 - A - balonom z okroglim dnom, ki ima prostornino 250 ml ali več;
 - E - povratnim hladilnikom, prilagojenim balonu A;
 - C - ampulo, montirano na balon A;
 - D - pipo za dovod dušika;
 - E in E' - izpiralkama, primernima za pritrditev na hladilnik B;
 - F - azbestno ploščo s premerom 150 mm in glavno odprtino 40 mm (da bi se izognili pregrevanju, zlasti ekstrahiranih snovi).

Opomba: Če je bilo prejšnje določanje postopno in zmerno, moramo oprati samo balon A.



Slika 4. Aparatura za določanje količine žveplovega dioksida

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) dušik brez kisika;
- 2) vodikov peroksid brez sulfatnih ionov, raztopino 9,1 g/l;
- 3) klorovodikovo kislino, raztopino 100 g/l: en prostorninski del koncentrirane klorovodikove kisline $\rho_{20} = 1,19$ g/ml razredčimo s tremi prostorninskimi deli vode;
- 4) raztopino indikatorja: 100 mg bromfenol modrega raztopimo v 100 ml 20 %-nega etanola (V/V);
- 5) natrijev hidroksid brez sulfatnih ionov, raztopino s $c(\text{NaOH}) = 0,01$ mol/l ali
- 6) natrijev hidroksid brez sulfatnih ionov, raztopino s $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l;
- 7) jodovo raztopino s $c(1/2 \text{ J}_2) = 0,02$ mol/l;
- 8) raztopino škroba s koncentracijo 5 g/l, ki vsebuje kot konzervans natrijev klorid s koncentracijo 200 g/l (raztopino škroba pripravimo tako, da mora raztopina vreti 10 minut);

- 9) kalijev metabisulfit, raztopino: v malo vode raztopimo 1,20 g kalijevega metabisulfitu ($K_2S_2O_5$) in 0,20 g dinatrijevega kislega etilendiaminovega tetraacetata. Raztopino kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 1000 ml, dopolnimo z vodo do oznake in pretresemo;
- 10) saharozo, raztopino s koncentracijo 100 g/l.

Preskus delovanja aparature

Aparatura, prikazana na sliki 4, mora biti taka, da se na njej opravijo naslednji preskusi:

- a) v balon (A) damo 100 ml vode in 5 ml raztopine klorovodikove kisline. Balon segrevamo ob povratnem hladilniku eno uro v toku dušika.
- Izpiralki (E) in (E') vsebujeta po 5 ml vode in 0,1 ml raztopine indikatorja; njuni vsebini morata ostati nevtralni;
- b) v balon (A) damo 20 ml raztopine saharoze. Balon segrevamo 1 uro v toku dušika. Raztopina saharoze mora ostati brezbarvna, na stenah balona pa ne sme nastati usedlina karamela (ta preskus opravimo zaradi kontrole intenzitete segrevanja);
- c) ta preskus sestoji iz dveh operacij:
- c₁) v balon (A) damo 20 ml raztopine kalijevega metabisulfitu in 5 ml raztopine klorovodikove kisline. Izločimo in ugotovimo količino žveplovega dioksida (v enakih pogojih kot pri postopku določanja) brez dodajanja klorovodikove kisline;
- c₂) v erlenmajerico s prostornino 100 ml damo 20 ml raztopine kalijevega metabisulfitu in dodamo 5 ml raztopine klorovodikove kisline in 1 ml raztopine škroba. Titriramo z jodovo raztopino, dokler se ne pojavi modra barva. Količina žveplovega dioksida, dobljena pri (c₁), mora znašati približno 1 % vrednosti dobljene pri (c₂).

Postopek določanja

Priprava vzorca za analizo

Iz vzorca odstranimo koščice in seme ter ga pazljivo homogeniziramo. Zamrznjeni ali hitro zamrznjeni izdelek poprej odtajamo v pokriti posodi, tekočino, ki izteče pri tem, pa mu dodamo pred homogenizacijo.

Količina vzorca za analizo

Odvisto od količine žveplovega dioksida, odtehtamo z natančnostjo 0,01 g 10 g do 100 g pripravljenega vzorca, tako da vsebuje največ 10 mg žveplovega dioksida. Stehtano količino damo v balon (A).

V ampulo (C) aparature dodamo 100 ml vode in 5 ml raztopine klorovodikove kisline.

V izpiralki (E) in (E') damo po 3 ml raztopine vodikovega peroksida in po 0,1 ml raztopine indikatorja bromfenol modrega. Raztopino vodikovega peroksida nevtraliziramo z 0,01 mol/l raztopino natrijevega hidroksida.

Ampulo (C), hladilnik (B) in izpiralki (E) in (E') nastavimo in pustimo teči dušik skozi, da izženemo zrak iz balona (A) in cele naprave.

Pustimo, da priteka v balon (A) razredčena raztopina klorovodikove kisline, ki je v ampuli (C) (če je potrebno, lahko za trenutek prekinemo pretok dušika).

Vsebino balona počasi segrevamo dokler ne zavre in pustimo vreti tako, da se dušik enakomerno pretaka (1 do 2 mehurčka v sekundi) približno 30 minut.

Titracija

Vsebino druge izpiralke (E') prenesemo v prvo izpiralko (E) in nastalo žveplovo kislino titriramo z 0,01 mol/l ali 0,1 mol/l raztopino natrijevega hidroksida, odvisno od pričakovane količine žveplove kisline.

Določanje

Če je prostornina (V) 0,01 mol/l raztopine natrijevega hidroksida večja od 10 ml, opravimo gravimetrijsko določanje, kot je predpisano v prilogi (A) te metode.

Če je prostornina (V) 0,01 mol/l raztopine natrijevega hidroksida manjša od 10 ml, moramo opraviti nefelometrijsko določanje, kot je predpisano v prilogi B.

Če je prostornina omenjene raztopine natrijevega hidroksida manjša od 5 ml, opravimo samo nefelometrijsko določanje (priloga B). Če vzamemo 100 g vzorca, je meja 5 ml porabljenega reagenta, kar ustreza 16 mg/kg žveplovega dioksida.

Nad to mejo zadostuje acidimetrijsko določanje.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino žveplovega dioksida, izraženo v mg/kg izdelka, izračunamo po formuli:

$$0,32 \cdot \frac{V}{m} \cdot 10^3 = 320 \cdot \frac{V}{m}$$

kjer je:

m - masa vzorca v g;

V - prostornina 0,01 mol/l raztopine natrijevega hidroksida, porabljena za titracijo, v ml;

0,32 - masa žveplovega dioksida, ki ustreza 1 mililitru 0,01 mol/l raztopine natrijevega hidroksida, v mg.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 5 % relativne vrednosti povprečno dobljene vrednosti.

A) GRAVIMETRIJSKO DOLOČANJE ACIDIMETRIJSKO NASTALIH SULFATNIH IONOV**Reagenti**

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) barijev klorid, raztopino 100 g/l;
- 2) klorovodikovo kislino s koncentracijo $\rho_{20} = 1,19$ g/ml;
- 3) raztopino za izpiranje usedline barijevega sulfata: v merilni bučki s prostornino 1000 ml raztopimo 26 mg barijevega klorida dihidrata ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dodamo 1 ml koncentrirane klorovodikove kisline in dopolnimo z vodo do oznake.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) erlenmajerice s prostornino 50 ml;
- 2) pipete;
- 3) filtrirni papir, ki zgoreva brez pepela;
- 4) sežigalno peč s termoregulatorjem pri $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$;
- 5) sežigalne posode;
- 8) eksikator s sušilnim sredstvom (ki ni žveplova kislina);
- 7) analitsko tehtnico.

Določanje

Pri titraciji vlijemo v erlenmajerico s prostornino 50 ml vsebino izpiralke (E) in dodamo vodo, s katero smo jo izprali, tako da znaša celotna prostornina 25 ml. Nato dodamo 1 ml koncentrirane klorovodikove kisline in vsebino segrevamo, dokler ne zavre.

Dodajamo po kapljicah 2 ml raztopine barijevega klorida in med tem mešamo, pustimo, da se ohladi in počiva 12 ur. Nastalo usedlino barijevega sulfata kvantitativno prenesemo na filtrirni papir, ki smo ga poprej navlažili z vrelo vodo. Usedlino izperemo z 20 ml tople vode, nato pa petkrat s po 20 ml raztopine za izpiranje usedline barijevega sulfata. Odcedimo in posušimo.

V porcelansko sežigalno posodo, ki smo jo poprej žarili do konstantne mase in stehali z natančnostjo 1 mg, damo filtrirni papir z usedlino in žarimo v sežigalni peči pri $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 2 uri. Vzamemo iz peči, ohladimo v eksikatorju in stehamo z natančnostjo 1 mg. Na podlagi razlike v masi ugotovimo količino barijevega sulfata.

Gravimetrijsko določanje opravimo vzporedno na dveh vzorcih.

Izračunavanje

Količino žveplovega dioksida, izraženo v mg/kg izdelka, izračunamo po formuli:

$$\frac{0,2745 \cdot m_1}{m} \cdot 10^3$$

kjer je:

m_1 - masa dobljenega barijevega sulfata v mg;

m - masa vzorca v g;

0,2745 - masa žveplovega dioksida, ki ustreza 1 mg barijevega sulfata, v mg.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določaj, ki ju vzporedno ali takoj eno za drugim opravi isti analitik, ne sme biti večja od 5 % relativne vrednosti povprečno dobljene vrednosti.

Razlika med rezultatoma, ki smo ju dobili po tej metodi in po acidimetrijski metodi, ne sme biti več kot 5 %.

Če je razlika med rezultatoma, ki smo ju dobili po acidimetrijski in gravimetrijski metodi, več kot 5 %, vzamemo kot rezultat vrednost, dobljeno po gravimetrijski metodi.

B) NEFELOMETRIJSKO DOLOČANJE ACIDIMETRIJSKO NASTALIH SULFATNIH IONOV**Reagenti**

Poleg reagentov, navedenih pri tej metodi, uporabljamo še naslednje reagente:

- 1) standardno raztopino žveplove kisline: v merilno bučko s prostornino 1000 ml vlijemo 31,2 ml raztopine žveplove kisline $c(1/2\text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1\text{ mol/l}$ in dopolnimo z vodo do oznake (1 ml te raztopine ustreza 0,1 mg SO_2);
- 2) polivinilpirolidon, raztopino s koncentracijo 50 g/l brez sulfatnih ionov (z relativno molekulsko maso povprečno 85000);
- 3) barijev klorid in polivinilpirolidon, mešano raztopino: 80 ml raztopine barijevega klorida s koncentracijo 100 g/l pomešamo z 20 ml raztopine polivinilpirolidona;
- 4) klorovodikovo kislino, raztopino 100 g/l; en prostorninski del koncentrirane klorovodikove kisline $\rho_{20} = 1,19\text{ g/ml}$ pomešamo s tremi prostorninskimi deli vode;
- 5) raztopino indikatorja: 100 mg bromfenol modrega raztopimo v 100 ml 20 %-nega etanola.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) merilno bučko s prostornino 50 ml;
- 2) graduirane pipete ali bireto za odmerjanje, s prostornino 2, 4, 8, 12, 16 in 25 ml;
- 3) spektrofotometer za merjenje pri valovni dolžini 650 nm.

Postopek**Priprava umeritvene krivulje**

V šest merilnih bučk s prostornino 50 ml damo po vrstnem redu 0, 2, 4, 8, 12 in 16 ml standardne raztopine žveplove kisline, 20 ml vode, 0,1 ml indikatorja, 1 ml raztopine klorovodikove kisline (100 g/l) ter 5 ml mešane raztopine barijevega klorida in polivinilpirolidona. Dopolnimo z vodo do oznake in pretresemo. Dobljene raztopine vsebujejo: 0, 0'2, 0'4, 0'8, 1'2 in 1'6 mg žveplovega dioksida.

Petnajst do dvajset minut potem, ko smo dodali mešano raztopino, izmerimo s spektrofotometrom ekstinkcijo pri 650 nm.

Umeritveno krivuljo narišemo tako, da naneseimo izmerjene ekstinkcije kot funkcijo koncentracije žveplovega dioksida v mg/l.

Nefelometrijsko določanje

- a) V primeru, ko je prostornina 0,01 mol/l raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za nevtralizacijo žveplove kisline, manjša od 5 ml.

Po titraciji prenesemo v merilno bučko s prostornino 50 ml vsebino izpiralke (E) skupaj z vodo, s katero smo jo izprali. Dodamo 1 ml raztopine klorovodikove kisline (100 g/l) in 5 ml mešane raztopine, dopolnimo do oznake in pretresemo.

15 do 20 minut potem, ko smo dodali mešano raztopino, izmerimo s spektrofotometrom ekstinkcijo pri 650 nm.

- b) V primeru, ko je prostornina 0,01 mol/l raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za nevtralizacijo žveplove kisline, med 5 in 10 ml.

Po titraciji prenesemo v merilno bučko s prostornino 50 ml vsebino izpiralke (E) skupaj z vodo, s katero smo jo izprali. Dopolnimo z vodo do oznake in pretresemo.

V novo merilno bučko s prostornino 50 ml vlijemo 25 ml te raztopine, dodamo 1 ml raztopine klorovodikove kisline (100 g/l) in 5 ml mešane raztopine. Dopolnimo z vodo do oznake in pretresemo.

15 do 20 minut potem, ko smo dodali mešano raztopino, izmerimo s spektrofotometrom ekstinkcijo pri 650 nm.

Nefelometrijsko določanje opravimo vzporedno na dveh vzorcih.

Izračunavanje

Če smo opravili določanje pod a), znaša pri nefelometrijskem določanju, ki ga predpisuje ta metoda, količina žveplovega dioksida v mg/kg:

$$c \cdot \frac{1000}{m}$$

kjer je:

c - koncentracija žveplovega dioksida v mg/l, ki je odčitana na umeritveni krivulji in ustreza izmerjeni ekstinkciji;

m - masa vzorca v g.

Če smo opravili določanje pod b), znaša pri nefelometrijskem določanju, ki ga predpisuje ta metoda, količina žveplovega dioksida v mg/kg izdelka:

$$c \cdot \frac{1000}{m} \cdot 2$$

kjer je:

c - koncentracija žveplovega dioksida v mg/l, ki je odčitana na umeritveni krivulji in ustreza izmerjeni ekstinkciji;

m - masa vzorca v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti, predpisane za to metodo.

Razlika med rezultatoma, ki smo ju dobili po tej metodi in po acidimetrijski metodi, ne sme biti več kot 5 %.

Če je razlika med rezultatoma, ki smo ju dobili po acidimetrijski in nefelometrijski metodi, več kot 5 %, vzamemo kot rezultat vrednost, dobljeno po nefelometrijski metodi.

2.2.17 Določanje hlapnih kislin

Princip in uporaba

Vzorec nakisamo z vinsko kislino, hlapne kisline predestiliramo z vodno paro, destilat pa titriramo z raztopino natrijevega hidroksida s fenolftaleinom kot indikatorjem.

Metodo uporabljamo za določanje hlapnih kislin pri sadju in vrtninah ter sadnih in zelenjavnih izdelkih.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) natrijev hidroksid, raztopimo s c (NaOH) = 0,1 mol/l: pripravimo jo in njeno koncentracijo določimo neposredno pred samo uporabo;
- 2) raztopino 10 g fenolftaleina v 1 l 95 %-nega etanola (V/V);
- 3) vinsko kislino, kristalno;
- 4) apnica, razredčeno 1 : 4, en prostorninski del nasičene raztopine kalcijevega hidroksida razredčimo s štirimi prostorninskimi deli vode. Mešanico pustimo stati, dokler ne dobimo kalcijev karbonat, nato odlijemo bistro raztopino, ki kaže alkalno reakcijo v prisotnosti raztopine fenolftaleina.

Raztopino uporabljamo za polnjenje razvijalca vodne pare;

- 5) kalcijev hidroksid, bistro nasičeno raztopino.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aparat za destilacijo z vodno paro z razvijalcem vodne pare (ki ne vsebuje ogljikovega dioksida) iz stekla ali kovine, odporne proti visokim temperaturam, z zmogljivostjo približno 1500 ml;
 - 2) izpiralko, sestavljeno iz steklene 270 mm dolge cevi s premerom 30 mm, katere spodnji del je zaprt in razširjen v obliki krogle s premerom 60 mm, kamor damo količino vzorca za analizo. Izpiralko damo na kovinski disk z odprtino s premerom 40 mm, na katero nalega dno izpiralke;
 - 3) rektifikacijsko kolono, sestavljeno iz steklene cevi s premerom 20 mm in višino 500 mm, v kateri je mrežasta spirala iz nerjavečega jekla s 15 mm zavojnicami.
- (Poleg opisanih lahko uporabljamo tudi druge naprave z enakim učinkom);

4) pokončni hladilnik (tipa WEST), dolg 400 mm in s premerom 10 mm, ki ga postavimo pokončno in hladimo ves čas med destilacijo.

Opomba: Poleg omenjenih aparatov lahko uporabljamo tudi druge, če izpolnjujejo naslednje minimalne zahteve:

- da v normalnih pogojih predestilirajo 99,5 % znane dodane količine očetne kisline v 250 ml destilata. Za ta preskus uporabimo 20 ml raztopine očetne kisline s c (CH_3COOH) = 0,1 mol/l;

- da dobimo v enakih pogojih destilacije v 250 ml destilata, od znane dodane količine mlečne kisline največ 5 % mlečne kisline. Za ta preskus uporabimo 20 ml raztopine mlečne kisline s c ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OCOOH}$) = 1 mol/l;

- da dobljena vodna para ne vsebuje ogljikovega dioksida (CO_2), kar preverimo tako, da dodamo 2 kapljici raztopine fenolftaleina in 0,1 ml raztopine natrijevega hidroksida v 250 ml destilata. Rožnata barva mora biti obstojna najmanj 10 sekund;

5) erlenmajerico s prostornino 500 ml;

6) graduirane pipete s prostornino 20 ml;

7) bireto s prostornino 25 ml in z razdelki 0,1 ml;

8) analitsko tehtnico.

Priprava vzorca za analizo

Tekoči izdelki in izdelki, ki se lahko filtrirajo (sadni sirupi, tekočine iz kompota, slane tekočine ipd.) - Laboratorijski vzorec popolnoma pomešamo in če vsebuje suspendirane delce, ga prefiltriramo skozi nagubani filtrirni papir. Če vsebuje vzorec ogljikov dioksid ali pa je v fazi fermentacije, ogljikov dioksid odstranimo tako, da odmerimo s pipeto 50 do 60 ml vzorca in ga damo v steklenico s prostornino 500 ml, nato pa pod znižanim tlakom stresamo 2 do 3 minute. Da bi preprečili penjenje, dodamo v odmerjeni vzorec 0,2 g taninske kisline.

Pastozni in trdni izdelki (suho in posušeno sadje in vrtnine ipd.) - Odstranimo seme in peščiča, nato pa vzorec homogeniziramo z mehaničnim mešalnikom.

Zamrznjeni izdelki - Odtajamo jih, tekočino, ki pri tem izteče, pa dodamo izdelku pred homogenizacijo.

Količina vzorca za analizo

Tekoči izdelki - S pipeto odmerimo 20 ml pripravljenega vzorca za analizo in ga damo v izpiralko. Če vsebuje vzorec močne hlapne kisline, vzamemo manjšo količino vzorca in prostornino do 20 ml dopolnimo s potrebno količino vode.

Pastozni, trdni in zamrznjeni izdelki - Približno 10 g pripravljenega vzorca za analizo odtehtamo, v čašo, z natančnostjo 0,01 g in kvantitativno prenesemo v izpiralko z najmanjšo možno količino vode, ki še omogoča prenašanje in mešanje vzorca, vendar mora vzorec pri tem ostati tekoč.

Destilacija hlapnih kislin

Razvijalec vodne pare napolnimo z apnico do 2/3 prostornine. Nato vzorcu za analizo v izpiralki dodamo 0,5 g vinske kisline in izpiralko spojimo z razvijalcem vodne pare, rektifikacijsko kolono in hladilnikom. Z gorilnikom istočasno segrevamo razvijalec vodne pare in izpiralko. Če je začetna količina vzorca v izpiralki večja od 20 ml, segrevanje izpiralke naravnamo tako, da se prostornina zmanjša na 20 ml, nato pa postopoma segrevamo. Med segrevanjem mora razvijalec vodne pare ves čas proizvajati vsaj majhno količino pare. Destiliramo 10 do 15 minut. Destilat, zbran v erlenmajerici, mora biti enak dvanajstkratni prostornini vzorca za analizo.

Titracija hlapnih kislin

V destilat dodamo dve kapljici raztopine fenolftaleina in titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler se ne pojavi svetlo rožnata barva.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje in formula

Tekoči izdelki - Hlapne kisline, izražene v miliekvivalentih na 100 ml izdelka ali v gramih očetne kisline 100 g izdelka, izračunamo po formulah (1) in (2):

$$\frac{10 \times V_1}{V_0} \quad (1)$$

$$\frac{0,6 \times V_1}{V_0} \quad (2)$$

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Pastozni, trdni in zamrznjeni izdelki - Hlapne kisline, izražene v miliekvivalentih na 100 g izdelka, izračunamo po formulah (3) in (4):

$$\frac{10 \times V_1}{m_0} \quad (3)$$

$$\frac{0,6 \times V_1}{m_0} \quad (4)$$

kjer je:

V_0 - prostornina vzorca v ml;

V_1 - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za titracijo, v ml;

m_0 - masa vzorca v g.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,2 miliekvivalenta na 100 ml ali 100 g izdelka oziroma ne večja od 1,2 mg očetne kisline na 100 ml ali 100 g izdelka.

2.2.18 Določanje skupne kislosti*A) Potenciometrijska metoda***Princip in uporaba**

Metoda temelji na potenciometrijski titraciji z raztopino natrijevega hidroksida.

Metodo uporabljamo za določanje skupne kislosti sadja in vrtnin ter sadnih in zelenjavnih izdelkov.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) čašo s prostornino 250 ml z elektromagnetnim ali mehničnim mešalnikom;
- 2) graduirani pipeti s prostornino 25 in 100 ml;
- 3) merilno bučko s prostornino 250 ml;
- 4) homogenizator ali terilnico;

- 5) erlenmajerico s povratnim hladilnikom;
- 6) analitsko tehtnico;
- 7) potenciometer s stekleno elektrodo;
- 8) bireto s prostornino 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) natrijev hidroksid, raztopino s $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 2) puferno raztopino znanega pH.

Priprava vzorca

Tekoči izdelki in izdelki, ki se lahko filtrirajo (sadni sirupi, slane tekočine, fermentirani izdelki) - Laboratorijski vzorec homogeniziramo in filtriramo skozi vato ali filtrirani papir. S pipeto odmerimo 25 ml filtrata, ga prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml, dopolnimo do oznake z vodo in dobro pretresemo.

Opomba: Pri gaziranih izdelkih moramo poprej pod znižanim tlakom s 3 do 4-minutnim stresanjem odstraniti ogljikov dioksid.

Vzorec lahko merimo tudi po masi: približno 25 g vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g.

Drugi izdelki - Iz vzorca odstranimo peclje, koščice in peščiča, po možnosti pa tudi seme. Če je izdelek zamrznjen, ga moramo poprej odtajati, tekočino, ki izteče pri tem, pa mu dodati pred homogenizacijo.

Posušeni in dehidrirani izdelki - Razrežemo jih z nožem na koščke, nato laboratorijski vzorec premešamo v homogenizatorju ali terilnici.

25 g laboratorijskega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g in s 50 ml vode kvantitativno prenesemo v erlenmajerico. Vsebino mešamo, dokler ne postane tekočina homogena. Erlenmajerico spojimo s povratnim hladilnikom in vsebino segrevamo na vodni kopeli približno 30 minut. Ohlajeno vsebino erlenmajerice kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml in dopolnimo do oznake s sveže prekuhano in ohlajeno destilirano vodo, nato pa filtriramo.

Določanje s potenciometrijsko titracijo

Za umerjanje potenciometra uporabljamo puferno raztopino.

Količina vzorca za analizo

Odvisno od pričakovane kislosti, odmerimo s pipeto 25 ml do 100 ml pripravljenega vzorca in ga prenesemo v čašo z mešalnikom.

Titracija

Vklopimo mešalnik, nato iz birete hitro dodajamo raztopino natrijevega hidroksida, dokler ni pH približno 7. Zatem raztopino dodajamo počasneje, dokler ni $\text{pH } 8,1 \pm 0,2$.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Vzorec, merjen po prostornini

Skupno kislost, izraženo v milimolih monobazne kisline na 100 ml izdelka, če upoštevamo razredčitev, izračunamo po formuli:

$$\frac{250}{25} \cdot V_1 \cdot c \cdot \frac{100}{V_0} = \frac{1000 \cdot V_1 \cdot c}{V_0}$$

Vzorec, merjen po masi

Skupno kislost, izraženo v milimolih monobazne kisline na 100 g izdelka, če upoštevamo razredčitev, izračunamo po formuli:

$$\frac{250}{m} \cdot V_1 \cdot c \cdot \frac{100}{V_0}$$

kjer je:

V_0 - prostornina vzorca v ml;

V_1 - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za določanje, v ml;

c - točna koncentracija raztopine natrijevega hidroksida v mol/l;

m - masa vzorca v g.

Drug način izražanja skupne kislosti

Skupno kislost lahko izrazimo, kot je običajno, s številom gramov kisline na 100 g ali 100 ml izdelka tako, da dobljene vrednosti pomnožimo z ustreznim faktorjem ene izmed kislin, navedenih v tabeli 5.

Tabela 5. Faktorji za preračunavanje skupne kislosti

Kislina	Faktor
jabolčna	0,067
oksalna	0,045
citronska (monohidrat)	0,070
vinska	0,075
ocetna	0,060
mlečna	0,090

Ustrezne kisline so:

- a) jabolčna kislina - pri izdelkih iz pečkastega in koščičastega sadja;
- b) citronska kislina - pri izdelkih iz jagodičastega sadja in citrusov;
- c) vinska kislina - pri izdelkih iz grozdja;
- d) oksalna kislina - pri izdelkih iz špinače in kislice;
- e) mlečna kislina - pri biološko konzerviranih izdelkih;
- f) ocetna kislina - pri mariniranih izdelkih.

Izražanje rezultatov

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo na eno decimalko.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 2 % relativne vrednosti povprečno ugotovljene vrednosti.

*B) Metoda, ki temelji na spremembi barve indikatorja***Princip in uporaba**

Metoda temelji na titraciji z raztopino natrijevega hidroksida v prisotnosti fenolftaleina kot indikatorja.

Uporabljamo jo za določanje skupne kislosti sadja in vrtnin ter sadnih in zelenjavnih izdelkov.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) homogenizator ali terilnico;
- 2) graduirani pipeti s prostornino 25 ml in 100 ml;
- 3) erlenmajerico s povratnim hladilnikom;
- 4) merilno bučko s prostornino 250 ml;
- 5) bireto s prostornino 100 ml;
- 6) analitsko tehtnico;
- 7) čaša z ustrezno prostornino.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida, s c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 2) raztopino 10 g fenolftaleina v 1 l 95 %-nega etanola (V/V).

Priprava vzorca

Tekoči izdelki in izdelki, ki se lahko filtrirajo (sadni sirupi, slane tekočine, fermentirani izdelki) - Laboratorijski vzorec dobro premešamo in filtriramo skazi vato ali filtrirni papir. S pipeto odmerimo 25 ml filtrata, ga prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml, dopolnimo do oznake in dobro pretresemo.

Opomba: Pri gaziranih izdelkih moramo poprej pod znižanim tlakom z 2 do 3-minutnim stresanjem odstraniti CO₂.

Vzorec lahko merimo tudi po masi: približno 25 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g.

Drugi izdelki - Iz laboratorijskega vzorca odstranimo peclje, koščice, peščišča, po možnosti pa tudi seme. Če je izdelek zamrznjen, ga moramo poprej odtajati, tekočino, ki izteče pri tem, pa mu dodati pred homogenizacijo.

Posušene in dehidrirane izdelke razrežemo na koščke. Laboratorijski vzorec nato premešamo v homogenizatorju ali terilnici.

25 g laboratorijskega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g in s 50 ml vode kvantitativno prenesemo v erlenmajerico. Vsebino mešamo, dokler ne postane tekočina homogena. Nato erlenmajerico spojimo s povratnim hladilnikom in vsebino segrevamo na vodni kopeli približno 30 minut. Ohlajeno vsebino erlenmajerice kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml in dopolnimo do oznake s sveže prekuhano in ohlajeno destilirano vodo, nato pa filtriramo.

Količina vzorca za analizo

Odvisno od pričakovane kislosti, odmerimo s pipeto 25 ml do 50 ml ali 100 ml vzorca za analizo in ga prenesemo v čašo z ustrezno prostornino.

Določanje skupne kislosti

V odmerjeno količino vzorca za analizo dodamo 0,25 ml do 0,5 ml raztopine fenolftaleina in med stresanjem titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler se ne pojavi svetlo rožnata barva, ki je obstojna najmanj 30 sekund.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Vzorec, merjen po prostornini: skupno kislost, izraženo v milimolih monobazne kisline na 100 ml izdelka, če upoštevamo razredčitev, izračunamo po formuli:

$$\frac{250}{25} \cdot V_1 \cdot c \cdot \frac{100}{V_0} = \frac{1000 \cdot V_1 \cdot c}{V_0}$$

Vzorec, merjen po masi: skupno kislost, izraženo v milimolih monobazne kisline na 100 g izdelka, če upoštevamo razredčitev, izračunamo po formuli:

$$\frac{250}{m} \cdot V_1 \cdot c \cdot \frac{100}{V_0}$$

kjer je:

V_0 - prostornina vzorca v ml;

V_1 - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za določanje, v ml;

c - točna koncentracija raztopine natrijevega hidroksida v mol/l;

m - odtehtana masa izdelka v g.

Drug način izražanja skupne kislosti

Skupno kislost lahko izrazimo, kot je običajno, s številom gramov kisline na 100 g ali 100 ml izdelka tako, da dobljene vrednosti pomnožimo z ustreznim faktorjem ene izmed kislin, navedenih v tabeli 6.

Tabela 6. Faktor za izračunavanje skupne kislosti

Kislina	Faktor
jabolčna kislina	0,067
oksalna kislina	0,045
citronska kislina (monohidrat)	0,070
vinska kislina	0,075
ocetna kislina	0,060
mlečna kislina	0,090

Ustrezne kisline so:

- jabolčna kislina - pri izdelkih iz pečkastega in koščičastega sadja;
- citronska kislina - pri izdelkih iz jagodastega sadja in citrusov;
- vinska kislina - pri izdelkih iz grozdja;
- oksalna kislina - pri izdelkih iz špinače in kislice;
- mlečna kislina - pri biološko konserviranih izdelkih;
- ocetna kislina - pri mariniranih izdelkih.

Izražanje rezultatov

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo na eno decimalko.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 2 % relativne vrednosti povprečno ugotovljene vrednosti.

2.2.19 Določanje sintetičnih barvil - kromatografska metoda

Princip in uporaba

Metoda temelji na nastanku soli z reakcijo med anionom sintetičnega barvila in kvartarnim kationom pri optimalnem pH, na ekstrakciji obarvane soli v kloroform in čiščenju ekstrakta z Al_2O_3 ter kromatografski identifikaciji barvila.

Aparatura in pribor

Poleg običajne, laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) centrifugo s centrifugirkami $\varnothing$ 3,5 x 12 cm s prostornino 60 ml ali 100 ml;
- 2) kromatografske kolone $\varnothing$ 1,2 x 10 cm;
- 3) pribor za papirno kromatografijo;
- 4) kromatografski filtrirni papir.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) kloroform;
- 2) Na_2CO_3 , 10 %-no raztopino;
- 3) benzalkonijev klorid, 10 %-no raztopino;
- 4) benzalkonijev klorid, 1 %-no raztopino;
- 5) H_2SO_4 , razredčeno;
- 6) formaldehid, 35 %-no raztopino;
- 7) 2 g natrijevega tetrafenilborata v 100 ml etanola + 2 ml vode + 0,2 ml glicerola;
- 8) NaH_2PO_4 , 25 %-no raztopino;
- 9) amoniak, 0,25 %-no raztopino;
- 10) etanol, 65 - 75 %-ni;
- 11) metanol;
- 12) Al_2O_3 , za kolonsko kromatografijo, aninotropni (kisli);
- 13) stekleno volno;
- 14) vato.

Priprava vzorca

- a) *Tekočine pri sadnih in zelenjavnih izdelkih*, ki vsebujejo manj kot 30 % suhe snovi, analiziramo brez poprejšnje priprave.
- b) *Sirupe* razredčimo z vodo tako, da vsebuje homogenizirani vzorec manj kot 30 % suhe snovi, in precedimo skozi stekleno volno. Zgoščeni sadni sok in sok v prahu razredčimo z vodo v razmerju 1 : 5.
- c) *Kašaste izdelke* razredčimo z enako količino vode in dobro premešamo. Filtriranje ni potrebno.
- d) *Suho, kandirano in suho sadje v prahu ter trdni del konzerviranega sadja in vrtnin*: 10 g prelijemo s 50 ml vrele vode in z 10 %-no raztopino Na_2CO_3 , naravnamo pH na 7. Počakamo, da se barvilo raztopi, nato filtriramo skozi stekleno volno.

Postopek določanja Ekstrakcija barvila

Postopek A

Uporabljamo ga za vzorce pod a)

10 ml pripravljene raztopine vzorca pomešamo z 2 ml kloroforma in pustimo, da se največji del kloroforma loči, z 10 %-nim Na_2CO_3 , pa naravnamo pH na 7 do 8, razen za vzorce z antocianini, za katere pH naravnamo samo do 6 do 7. Kloroformsko plast vržemo proč in ostanku dodamo 10 ml kloroforma in 5 kapljic 1 %-ne raztopine benzalkolijevega klorida (4). Zmes močno pretresemo in pustimo, da se plasti ločijo (ali jo centrifugiramo). Če smo dodali zadosti reagenta (4), je kloroform obarvan, vodna raztopina pa je pri vrhu skoraj brezbarvna. Če je kloroform brezbarven ali pa vodna raztopina še obarvana, dodamo še 5 kapljic 1 %-ne raztopine benzalkonijevega klorida (4) in rahlo premešamo.

Če se pri tem motnost poveča, pomeni, da ni bilo zadosti reagenta (4). Močno pretresemo, pustimo, da se plasti ločijo in ponovno dodamo nekaj kapljic reagenta (4). Če motnost vodne plasti ni povečana, pomeni, da smo dodali zadosti reagenta (4). Pustimo približno 10 minut, da se plasti ločijo ali centrifugiramo. Brezbarvno vodno plast odstranimo, kloroformsko plast pa izperemo s 5 ml vode, ki jo potem vržemo proč.

Postopek B

Uporabljamo ga za vzorce pod b), c) in d).

V centrifugirko odmerimo s pipeto 10 ml pripravljenega vzorca, dodamo 2 ml do 5 ml formalina in 20 ml kloroforma. Centrifugirko zamašimo, močno pretresemo in približno 2 minuti centrifugiramo z najmanj 3000 vrtljajev v minuti. Kloroformsko plast in eventualno brezbarvno raztopino odstranimo vsako posebej, pH ostanka naravnamo na 8 ali 9 (z 10 %-im Na_2CO_3), če so prisotni antocianini (sprememba rdeče barve v modro), pa na 6 do 7.

Raztopini dodamo 0,1 ml do 2 ml 10 %-ne raztopine benzalkonijevega klorida (3) in 2 ml do 10 ml kloroforma (čim več oborine, tem več kloroforma dodamo), zamašimo, močno pretresemo in ponovno centrifugiramo, dokler ne dobimo treh plasti:

- zgornjo - brezbarvno vodno plast;
- srednjo - včasih obarvano plast;
- spodnjo - obarvano kloroformsko plast.

Če nismo dodali zadosti reagenta (3) ali če so prisotna nekatera v vodi topna naravna barvila, je zgornja - vodna plast še obarvana, zato dodamo še 3 kapljice reagenta (3), vodno plast pa rahlo premešamo in spremljamo spremembo motnosti. Če je vodna plast še bolj motna, vzorec močno pretresemo in centrifugiramo. Še naprej dodajamo reagent (3), dokler ne dosežemo, da se motnost vodne plasti ne povečuje več. Motnost vodne plasti se ne povečuje več, če smo dodali zadostno količino reagenta (3). Kloroformsko plast odstranimo s pipeto. Ostanek v centrifugirki ponovno ekstrahiramo z 2 ml do 10 ml kloroforma in centrifugiramo. Zbrana kloroformska ekstrakta izperemo z 10 ml vode, ki jo vržemo proč. Obarvano kloroformsko plast uporabljamo za nadaljnje določanje barvil.

Kromatografski postopek

Kromatografski papir neposredno pred uporabo impregniramo z raztopino natrijevega tetrafenilborata (7) tako, da raztopino s pipeto naneseemo nanj ali ga natopimo z njo ter pustimo, da etanol izhlapi. Na isto mesto (brez sušenja) z mikropipeto naneseemo toliko kloroformskega ekstrakta vzorca, kolikor je potrebno, da dobimo dovolj intenzivno obarvano liso. Na sredino obarvane lise z mikropipeto naneseemo 10 μl kloroforma.

Obarvana lisa:

a) se lahko pri tem popolnoma in enakomerno razliva s topilom, kar pomeni, da ekstrakt ni čist;

b) se lahko pri tem delno razliva s topilom in se neha razlivati, kar pomeni, da je prekoračena kapaciteta impregnacije;

c) se pri tem ne širi, kar pomeni, da je ekstrakt zadosti čist.

Če se obarvana lisa obnaša kot pod a) in b), moramo ekstrakt čistiti z Al_2O_3 . V primeru pod c) pa takoj nanesemo na kromatogram, ki smo mu startno črto, 0,5 do 1 cm pasu, impregnirali z natrijevim tetrafenilboratom. Impregniramo z 1 ml pipeto.

Priprava kolone za čiščenje ekstrakta

Kromatografsko kolono, $\varnothing$ 1,2 cm, na dnu zamašimo s stekleno volno ali vato. Vlijemo vanjo suspenzijo kloroforma, ki mu dodamo eno kapljico ledene očetne kisline in toliko Al_2O_3 , kolikor je potrebno, da ostane v koloni po izteku kloroforma približno 3 cm visok stolpec Al_2O_3 .

Čiščenje ekstrakta

Obarvani kromatografski ekstrakt pustimo skozi kolono. Ko steče ekstrakt skozi kolono, pustimo 10 ml metanola in na koncu 10 ml vode.

Izločimo kloroformske in metanolne eluat in v njima določimo v masti topna in bazična barvila. Sintetična barvila eluiramo s toliko 0,25 %-nega amoniaka, kolikor je potrebno, da barvila eluiramo iz kolone (približno 10 ml), zbiramo pa samo obarvani eluat, da bi bila barvila čimbolj koncentrirana. Obarvani amoniakov eluat (če je zadosti koncentriran) lahko direktno vzamemo v kromatografski postopek. Če pa je preveč razredčen, hitro dodamo 0,5 ml raztopine NaH_2PO_4 , nato 0,2 ml do 1 ml kloroforma in 3 do 5 kapljic 1 %-ne raztopine benzalkonijevega klorida, da bi barvilo ekstrahirali v kloroform. Kloroformske ekstrakt nanesemo na kromatogram.

Priprava za kromatografijo

1. Impregnacija kromatografskega papirja pred nanašanjem obarvanega ekstrakta ali eluata: kromatografski papir impregniramo z raztopino natrijevega tetrafenilborata, ki ga nanesemo z 1 ml pipeto, da je startna črta impregnirana v 0,5 do 1 cm širokem pasu.
2. Nanašanje: vzorce in raztopine standardnih barvil z mikropipeto nanašamo na startno črto v razmikih 0,5 do 1 cm.
3. Na kromatogram, ki ga nameravamo razvijati s citratno fazo (faza 3), potem, ko smo nanesli vzorec in raztopine standardnih barvil, nanesemo z mikropipeto na sredino vsake lise vzorca 10 μl kloroforma. Ko se kloroform posuši, izperemo, s pipeto, startno črto z rahlim curkom kloroforma.

Kromatografija

Za določanje sintetičnih barvil pripravimo tri kromatograme in uporabimo naslednje mobilne faze: I. nitrometan : acetonitril : mravljinčna kislina : voda (10 : 80 : 1 : 30);

II. trietilamin : acetonitril : voda (5 : 1 : 2);

III. Na_3citrat : etanolamin : voda (2 : 5 : 95).

Vzorec vsebuje določeno sintetično barvilo, če je to na vsakem izmed treh kromatogramov na enaki višini kot standardno barvilo.

Izražanje rezultatov

Rezultat izrazimo tako, da navedemo barvni indeks (colour index – C.I.) barvila, ki smo ga indentificirali na kromatogramu.

Opomba: Postopek A uporabljamo, če se kloroform pri prvi ekstrakciji spontano izloči v 5 minutah. V drugih primerih uporabljamo postopek B.

Pri postopku A zadostuje v glavnem prvih 5 kapljic reagenta (3) ali (4), v večini drugih primerov pa prvih 10 kapljic.

Če nastane potem, ko smo dodali reagent, veliko v kloroformu netopne oborine, moramo uporabiti postopek B in čistiti ekstrakt z Al_2O_3 , kar v drugih primerih ni potrebno.

2.2.20 Določanje naravnih barvil

Princip

Metoda temelji, na različnih afinitetah naravnih in sintetičnih barvil do kvartarnih amonijevih ionov in Al_2O_3 .

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) centrifugo s centrifugirkami in kromatografske kolone $\varnothing 1,2 \times 10$ cm.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) petroleter (40-70 °C)
- 2) kloroform;
- 3) kloroform-etanol, 96 %-ni, (2 + 1);
- 4) kloroform-mravljično kislino, 98 do 100 %-no, (20+1);
- 5) n-butanol;
- 6) etanol, 70 %-ni;
- 7) etanol, 50 %-ni;
- 8) 2 %-ni amoniak v 90 %-nem etanolu;
- 9) 2 %-ni amoniak v 50 %-nem etanolu;
- 10) etanol - HCl, koncentrirano (1 + 1);
- 11) metanol;
- 12) formaldehid, 35 - 40%-ni;
- 13) očetno kislino;
- 14) benzalkonijev klorid, 10 %-ni in 1 %-ni;
- 15) Na_2CO_3 , 10 %-ni;
- 16) NaH_2PO_4 , 25 %-ni;
- 17) Amoniak, 0,25 %-ni;
- 18) H_2SO_4 (1 + 3);
- 19) HCl, koncentrirano;
- 20) H_2O_2 , 30 %-ni;
- 21) Al_2O_3 za kolonsko kromatografijo, anionotropni ali po Brockmanu.

Priprava vzorca

Vzorec pripravimo enako kot vzorec za določanje sintetičnih barvil.

Postopek

V centrifugirko odmerimo s pipeto 10 ml pripravljenega vzorca, pH pa z razredčeno žveplovo kislino naravnamo na 5 do 7. Dodamo 2 ml do 5 ml formalina in 20 ml kloroforma, centrifugirko zamašimo z gumenim zamaškom, dobro pretresemo in najmanj 2 minuti centrifugiramo s hitrostjo 3000 vrtljajev v minuti. Če se kloroformska plast ne loči v 5 minutah, povečamo število vrtljajev. Nato brezbarvno kloroformsko plast in neraztopljeni ostanek, če je brezbarven, vržemo proč. pH v obarvanem ostanku in obarvani vodni raztopini z Na_2CO_3 (10 %-nim) naravnamo na 7 do 8, razen pri vzorcih z antocianini, pri katerih pH

naravnamo na 6 do 7. Nato dodamo 0,1 ml do 2 ml 10 %-nega benzalkonijevega klorida in 2 ml do 10 ml kloroforma, odvisno od količine obarvanega neraztopljenega ostanka. Centrifugirko zamašimo, dobro pretresemo in centrifugiramo, kot je predpisano. Dodamo še nekaj kapljic benzalkonijevega klorida in rahlo pretresemo. Če je zgornja vodna plast motna, dodamo več benzalkonijevega klorida, pretresemo in centrifugiramo, dokler ne dobimo treh plasti, ki se takoj ločijo. Nato pripravimo kolono za čiščenje ekstrakta.

Priprava kolone za čiščenje ekstrakta

Kromatografsko kolono Ø 1,2 cm zamašimo na dnu s stekleno volno ali vato. V kolono za analizo zgornje, vodne plasti vlijemo suspenzijo Al_2O_3 za kolonsko kromatografijo v vodi, ki ji dodamo 1 kapljico ledene očetne kisline; v kolono za analizo spodnje, kloroformske plasti pa vlijemo suspenzijo kloroforma, ki mu dodamo 1 kapljico ledene očetne kisline in Al_2O_3 za kolonsko kromatografijo, tako da ostane v koloni v obeh primerih po izteku tekočine približno 3 cm visok stolpec Al_2O_3 .

Zgornji vodni plasti takoj naravnamo pH na 3 do 4 z dodatkom očetne ali koncentrirane HCl in pretresemo, da odstranimo ves CO_2 , raztopino nato prelijemo v kromatografsko kolono, v kateri je nakisan Al_2O_3 . Ko raztopina steče skozi kolono, jo speremo z 10 ml vode.

Betanin in antocianini ostanejo na koloni z Al_2O_3 , riboflavin pa steče v eluat. Betanin eluiramo z vodno raztopino NH_3 (0,25 %-nim). Vijoličasti eluat ni obstojen in hitro porjavi. Zato ga takoj nakisamo in koncentriramo v hladnem v vakuumu.

Antocianini ostanejo na koloni z Al_2O_3 kot tanka plast zelene barve na samem začetku Al_2O_3 . Razbarvamo jih s H_2O_2 ali pa eluiramo s 96 %-nim etanolom HCl (1 + 1).

V spodnjo, kloroformsko plast dodamo enako količino vode, pretresemo in pustimo, da se plasti ločijo. Spodnjo, kloroformsko plast spustimo skozi kromatografsko kolono, v kateri je 3 cm visok stolpec Al_2O_3 . Kolono speremo z 10 ml kloroforma, nato z 10 ml metanola in na koncu s 5 ml vode. Barvila v koloni eluiramo z 0,25 %-no raztopino NH_3 v predložek, v katerem je 0,5 ml NaH_2PO_4 . Eluatu dodamo 2 ml kloroforma in nekaj kapljic (3–5) 1 %-nega benzalkonijevega klorida, dobro pretresemo in pustimo, da se plasti ločijo. Iz tega ekstrakta lahko s papirno kromatografijo določimo tudi sintetična barvila, če so. Če nanesemo ta ekstrakt na tanko plast silikagela in kromatogram razvijemo s kloroform-mravljinčno kislino (20 + 1), se krocetin, norbiksin, eluirani del klorofilina in eritrozina ločijo drug od drugega ter od drugih sintetičnih barvil in jih tako določamo.

Na zgornji del stolpca Al_2O_3 v kromatografski koloni dodamo 1 ml H_2O_2 . Antocianini, ki so včasih prisotni, se takoj razbarvajo. Karmin (košenilja) in klorofilin pa se ne razbarvata. Oksidacijo ustavimo tako, da spustimo skozi kolono 5 ml vode in nato 5 ml 50 %-nega etanola. Dobljeni eluat vržemo proč.

Antocianine, ki se niso razkrojili s H_2O_2 , karmin in del klorofilina, če je prisoten, eluiramo s 96 %-nim etanolom - HCl (1 + 1). Eluat koncentriramo v vakuumu in določamo kromatografsko.

Netopni del (srednjo plast) dobro operemo z vodo, dispergiramo s HCl in maceriramo z n-butanolom, pri čemer se barvila raztopijo. Butanol odstranimo s pipeto ali s centrifugo. Dodamo petkrat večjo prostornino petroletra in pretresemo. Spodnjo plast uporabljamo za določevanje antocianinov in karmina. Karamel se ne raztopi v n-butanolu.

Kromatografija

Papirno kromatografijo opravimo z istimi mobilnimi fazami kot pri sintetičnih barvilih.

Izražanje rezultatov

Rezultat izrazimo tako, da navedemo barvni indeks (colour index - C.I.) barvila, ki smo ga identificirali na kromatogramu.

2.2.21 Določanje mravljinčne kisline

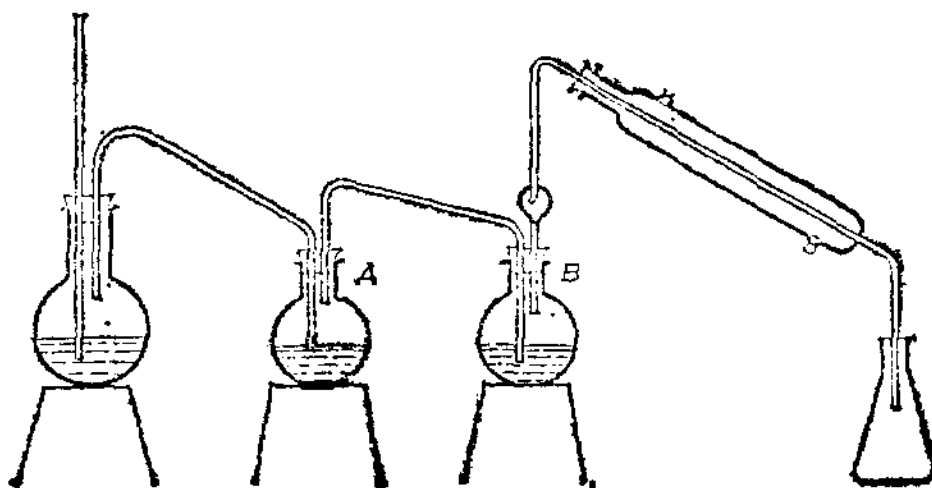
Princip in uporaba

Metoda temelji na lastnosti mravljične kisline, da reducira živosrebrov (II) klorid v netopen živosrebrov (I) klorid. Količino izločenega živosrebrovega (I) klorida določamo gravimetrijsko in na podlagi tega izračunamo ekvivalentno količino mravljične kisline. Metodo uporabljamo pri določanju mravljične kisline v sadnih izdelkih in polizdelkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aparaturu za destilacijo z vodno paro (slika 5);
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) filtrirni lonček tipa G - 4;
- 4) sušilnik s temperaturo $100 \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 5) eksikator.



Slika 5. Aparatura za destilacijo z vodno paro

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagentne:

- 1) barijev karbonat ali kalcijev karbonat;
- 2) raztopino živosrebrovega (II) klorida in natrijevega klorida: 100 g živosrebrovega (II) klorida (HgCl_2) in 30 g natrijevega klorida (NaCl) raztopino v 1 l vode;
- 3) natrijev acetat, 50 %-no raztopino;
- 4) vinsko kislino, kristalno;
- 5) klorovodikovo kislino, 10 %-no raztopino;
- 6) etanol, 96 %-ni;
- 7) etileter.

Priprava vzorca

Vzorec za analizo dobro homogeniziramo.

a) Dokazovanje mravljične kisline

Odvisno od konsistence izdelka, 25 ml do 50 ml ali 25g do 50g vzorca, homogeniziranega za analizo, odtehtamo z natančnostjo 0,1 g (količina mravljične kisline v vzorcu ne sme biti večja od 0,15g).

Stehtamo količino vzorca kvantitativno prenesemo v balon za destilacijo (A) s prostornino 500 ml, nato dodamo 0,5 g do 1,0 g vinske kisline in toliko destilirane vode, kolikor je potrebno, da znaša prostornina raztopine v balonu približno 100 ml.

V balon (B) s prostornino 500 ml odtehtamo 2 g barijevega karbonata ali kalcijevega karbonata in dodamo 100 ml vode. Aparaturo sestavimo in destiliramo z vodno paro, pri čemer istočasno segrevamo oba balona in razvijalec vodne pare ter pazimo, da se ne spremeni nivo tekočine v balonih (to dosežemo s pomočjo gorilnika).

Da predestiliramo vso količino mravljične kisline, potrebujemo približno 1000 ml do 1500 ml destilata. Po končani destilaciji filtriramo vročo karbonatno raztopino skozi filtrirni papir s premerom 9 cm. Formiat, ki je pri tem nastal, preide v raztopino.

Usedlino s filtrirnega papirja izperemo s toliko vrele vode, kolikor je potrebno, da dobimo približno 250 ml filtrata v erlenmajerici. Vsebino v erlenmajerici takoj potem uparjamo, dokler ne dobimo približno 100 ml prostornine, pričakujemo pa, da bo količina mravljične kisline pri tem približno 100 mg. Če je količina mravljične kisline več kot 100 mg, raztopino uparjamo, da dobimo 150 do 200 ml prostornine.

Po uparjanju dodamo 10 ml 50 %-ne raztopine natrijevega acetata, 2 ml 10 %-ne raztopine klorovodikove kisline in 25 ml raztopine živosrebrovega (II) klorida z natrijevim kloridom. Raztopino nato premešamo in 2 uri segrevamo na topli vodni kopeli, pri čemer uporabljamo povratni hladilnik. Če nastane usedlina, pomeni, da je prisotna mravljična kislina (opalescence ali motnosti ne upoštevamo).

b) Določanje mravljične kisline

Destilacijo, filtriranje, uparjanje in segrevanje opravimo po postopku, ki je predpisan za kvalitativno dokazovanje pri tej metodi.

Med segrevanjem ob uporabi povratnega hladilnika se živosrebrov (II) klorid reducira v živosrebrov (I) klorid, ki ga nato filtriramo z vakuumsko črpalko v filtrirnem lončku G-4, ki smo ga poprej posušili do konstantne mase in stehali z natančnostjo 0,0002 g. Usedlino izperemo najprej z mrzlo vodo, nato z etanolom in etiletrom in sušimo 1 uro pri $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Filtrirni lonček s posušeno usedlino sušimo v eksikatorju in sthamo z natančnostjo 0,0002 g.

1 g živosrebrovega (I) klorida (Hg_2Cl_2) ustreza 0,0975 g mravljične kisline.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Količino mravljične kisline v odstotkih izračunamo po formuli:

$$\text{odstotek mravljične kisline} = \frac{(b - a) \cdot 0,0975}{c} \cdot 100$$

kjer je.

a - masa filtrirnega lončka v g;

b - masa filtrirnega lončka s posušeno usedlino v g;

c - odtehtek vzorca v g ali ml;

Prostornino vzorca v ml moramo preračunati na maso, izraženo v g, tako, da pomnožimo število ml z gostoto tovrstnega izdelka.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh posameznih določanj, ki ju je vzporedno ali takoj eno za drugim, z isto metodo, v enakih pogojih in v istem laboratoriju ter na istem vzorcu opravil isti analitik, ne sme biti večja od 0,01 % relativne vrednosti dobljene povprečne vrednosti.

2.2.22 Določanje v etanolu netopnih snovi**Princip in uporaba**

Metoda temelji na merjenju ostanka po ekstrakciji topnih snovi z 80 %-nim etanolom. Metodo uporabljamo za določanje v etanolu netopnih snovi pri konzerviranem grahu.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) mešalnik;
- 2) sušilnik, v katerem je temperatura 100 °C do 120 °C;
- 3) Büchnerjev filtrirni lijak;
- 4) filtrirni papir (s premerom 18,5 cm) z dopustnim odstopanjem $\pm 0,1$ mg, poprej stehtan in posušen;
- 5) eksikator s sušilnim sredstvom.

Reagenti

Kot reagent uporabljamo:

- 1) etanol, 80 %-no raztopino (V/V).

Priprava vzorca

Odtehtamo 100 g vzorca graha, ga izperemo z 200 ml vode in pustimo, da se odceja dve minuti na situ. Odcejeni grah zdrobimo in dobro premešamo, tako da dobimo homogeno maso.

Določanje

20 g vzorca, pripravljenega za analizo, odtehtamo v čisto in suho 1 l erlenmajerico in dodamo 300 ml 80 %-nega etanola. Vsebinsko premešamo, erlenmajerico pa spojimo s povratnim hladilnikom in segrevamo na gorilniku, dokler ne zavre. Naj vre 30 minut. Vrelo raztopino filtriramo skozi Büchnerjev lij skozi filtrirni papir, ki smo ga poprej dve uri sušili pri 100 °C in stehtali. Filtrirni papir mora segati 1 cm čez rob lij. Izpiramo z 80 %-nim etanolom, dokler ne dobimo bistrega in brezbarvnega filtrata.

Filtrirni papir z izpranim ostankom prenesemo v posušeno, ohlajeno in stehtano sušilno posodo in nato 2 uri sušimo v sušilniku pri temperaturi 100 °C. Nato posodo z ostankom ohladimo v eksikatorju in stehtamo.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Izračunavanje

$$\text{Odstotek v etanolu netopnih snovi} = (m_1 - m_2) \cdot 5$$

kjer je:

m_1 - masa sušilne posode s filtrirnim papirjem in netopnim ostankom v g;

m_2 - masa sušilne posode in posušenega filtrirnega papirja v g.

METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE MLEKA IN MLEČNIH IZDELKOV

1. METODE VZORČENJA MLEKA IN MLEČNIH IZDELKOV

1.1 Splošno

Vzorci mleka in mlečnih izdelkov mora jemati uradna oseba.

Vzorci mleka in mlečnih izdelkov se jemljejo:

- 1) v proizvodnji - iz proizvodne partije ali njenega dela,
- 2) v prometu - iz embalažnih enot.

Vzorci se morajo v proizvodnji jemati tako, da je lahko za vzorec vzeta vsaka enota izdelka (cisterna, zabojnik, vrč ipd.).

Vzorci se morajo jemati enako v proizvodnji in v prometu.

Vzorec mleka in mlečnega izdelka, mora predstavljati povprečno sestavo celotne količine izdelka, od katere je vzet.

S proizvodno partijo mleka in mlečnih izdelkov je mišljena ustrezna količina istovrstnih izdelkov, proizvedena v enakih pogojih, istega dne ali dela dneva, po isti tehnologiji in z obvezno identifikacijsko označbo.

Z embalažnimi enotami mleka in mlečnih izdelkov so mišljene ustrezne količine istovrstnih izdelkov, pakirane v posamična embalažna pakiranja ustrezne prostornine in z obvezno identifikacijsko oznako.

Vzorec mleka in mlečnih izdelkov morata sestavljati najmanj dva posamično vzeta primerka, ki morata biti identična po sestavi in imeti približno enako maso oziroma prostornino, potrebno za fizikalne in kemične analize.

Število vzorcev je odvisno od vrste izdelka, njegove mase oziroma prostornine v embalažni enoti in od proizvedene količine, za vsako vrsto izdelka pa se določi na podlagi tabel 1, 2, 3 in 4.

Če sta za vzorec vzeta več kot dva posamezna primerka, se naredi iz njih en vzorec, pri tem pa je lahko vzet za vzorec vsak primerek.

Vzorec mora vsebovati najmanj dva identična primerka. En primerek pošlje uradna oseba takoj na analizo, drugi pa rabi za superanalizo.

Na zahtevo stranke se mora vzeti tudi tretji identični primerek, ki se mu da na razpolago.

Pribor in naprave (sonda, nož, lopatica ipd.), ki se uporabljajo za jemanje vzorcev mleka in mlečnih izdelkov, morajo imeti ustrezno velikost in prostornino, morajo biti čisti, suhi in iz materiala, ki ne vpliva na kakovost, ki jo je izdelek imel, ko je bil vzet vzorec.

Posode za vzorce mleka in mlečnih izdelkov ter zapirala zanje morajo biti čisti, suhi in iz materiala, ki ne vpija vode in maščobe, ima pa lastnost, da ohrani kakovost, ki jo je izdelek imel, ko so bili vzeti vzorci - do analize.

Vzeti vzorci mleka in mlečnih izdelkov se hranijo tako, kot je določeno s predpisom o normah za kakovost mleka in mlečnih izdelkov.

Pri jemanju vzorcev mleka in mlečnih izdelkov mora uradna oseba, ki jemlje vzorec, sestaviti zapisnik, v katerega vpiše naslednje podatke, pomembne za rezultat analize: kraj, pogoje hrambe, datum in čas, ko je bil vzorec vzet, vrsto in količino izdelka, od katerega je bil vzet vzorec, število posamično vzetih vzorcev in količino vzetega vzorca, oznake za identifikacijo vzorcev. Količino vzorcev, ki se pošiljajo na analizo ter vrsto in količino konzervansov, če so bili dodani vzorcu.

Zapisnik podpišeta uradna oseba, ki jemlje vzorec in stranka.

1.2 Metode vzorčenja mleka in tekočih mlečnih izdelkov

Če so mleko in tekoči mlečni izdelki v posodah z veliko prostornino (cisterne, zabojniki, vrči itd.), se tekočina meša z mešalnikom, katerega delovna površina mora biti dovolj velika, da se dobro zmeša vsa tekočina v posodi. Takoj po mešanju se s posebno zajemalko za jemanje vzorcev, ki ima dolgo držalo, vzame vzorec z različnih mest v posodi, pri čemer mora biti količina vzetega vzorca, ki se pošlje na analizo, približno 250 ml.

Vzorec se vzame iz vsake naključno izbrane posode na podlagi ponderiranih vrednosti posamičnih prostornin vzetega vzorca in sicer:

- 1) določi se količina vzetega vzorca, potrebnega za analizo po fizikalnih in kemičnih metodah (približno 250 ml);
- 2) določi se seštevek količin izdelka v vsaki naključno izbrani posodi, iz katere se vzame vzorec;
- 3) merske enote iz 1. točke se izenačijo z merskimi enotami iz 2. točke, količnik njihovih vrednosti pa pomnoži z vsako posamično količino izdelka v posodah, iz katerih se vzame - vzorec. Dobljene vrednosti predstavljajo posamične prostornine izdelka, ki se vzame iz vsake posode.

Seštevek dobljenih vrednosti mora predstavljati približno vrednost prostornine vsake enote vzorca, ki se pošlje na analizo.

Če so mleko in tekoči mlečni izdelki izvorno pakirani v embalažne enote z majhnimi prostorninami, se število določi po tabeli 1.

Tabela 1. Število vzetih vzorcev mleka in tekočih mlečnih izdelkov, ki so izvorno pakirani v embalažne enote z majhnimi prostorninami, za analizo

Mleko in mlečni izdelki	Količina od katere se vzame vzorec	Število vzorcev
Jemanje vzorcev v proizvodnji in prometu:		
- s prostornino do enega litra	- do 5.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 3.000 enot	najmanj po 1 vzorec
- s prostornino več kot en liter	- do 10.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 5.000 enot	najmanj po 1 vzorec

Za jemanje vzorcev zelo gostih mlečnih izdelkov (koncentrirano mleko in koncentrirano sladko mleko) mora imeti mešalnik primerno delovno površino, da se pri mešanju zajame tudi masa s sten posode. Takoj nato se z zajemalko z dolgim držalom vzame 2 do 3 litre izdelka, od tega pa po mešanju izloči približno 250 ml za vzorec.

1.3 Metode vzorčenja mleka v prahu in praškastih mlečnih izdelkov

Vzorci mleka v prahu in praškastih mlečnih izdelkov, ki so v posodah z veliko prostornino (sodi, vreče ipd.) se jemljejo s sondo za mleko v prahu, ki se potisne navpično do dna posode. Sonda se izvleče, prah pa strese v posodo za vzorec, ne da bi se ga dotaknil z roko. Postopek se ponavlja, pri čemer se sonda potiska v posodo na različnih mestih, dokler se ne dobi približno 500 g vzorca.

Posoda za vzorec mora imeti primerno obliko, ki omogoča, da se njena vsebina zmeša, ko se posoda z vzorcem zapre.

Za prenos vzorcev mleka v prahu in praškastih mlečnih izdelkov se uporabljajo tudi primerne plastične vreče, ki se lahko hermetično zaprejo, izdelane pa morajo biti iz takšnega materiala, kot je določeno za pakiranje živil.

Če so mleko v prahu in praškasti mlečni izdelki izvorno pakirani, se število vzorcev določi po tabeli 2.

Tabela 2. Število vzetih vzorcev mleka v prahu in praškastih mlečnih izdelkov, ki so izvorno pakirani, za analizo

Mleko v prahu in praškasti mlečni izdelki	Količina od katere se vzame vzorec	Število vzorcev
Jemanje vzorcev v proizvodnji in prometu:		
- z maso do enega kg	- do 5.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 1.000 enot	najmanj po 1 vzorec
- z maso več kot en kg	- do 10.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 3.000 enot	najmanj po 1 vzorec

1.4 Metode vzorčenja surovega masla

Vzorec surovega masla, ki je v posodah z veliko prostornino, se vzame s sondo za surovo maslo, ki je dovolj dolga, da diagonalno prodre do dna posode. Surovo maslo se sondira diagonalno in sicer od roba površine do dna posode. Sonda se izvleče, vsebina pa z nožem ali lopatico prenese v posodo za vzorec.

Postopek se ponovi z nasprotne strani zgornje površine, tretjič pa se sondira navpično. Vzeti vzorec mora tehtati skupaj približno 250 g.

Vzorec zamrznjenega surovega masla se vzame s sondo potem, ko se surovo maslo odtaja in ko je bilo 24 ur na temperaturi 10 °C. Kos surovega masla z maso 250 g ali več se razdeli na štiri približno enake dele, za vzorec pa se vzameta nasprotni četrtini.

Pakirani kosi z maso manj kot 250 g se za vzorec vzamejo celi.

Število vzorcev surovega masla se določi po tabeli 3.

Tabela 3. Število vzetih vzorcev surovega masla za analizo

Surovo maslo	Količina od katere se vzame vzorec	Število vzorcev
Jemanje vzorcev v proizvodnji in prometu:		
- z maso do 1 kg	- do 10.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 2.000 enot	najmanj po 1 vzorec
- z maso več kot 1 kg	- do 15.000 zbirnih enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 3.000 enot	najmanj po 1 vzorec

Posode v katere se dajo vzorci surovega masla, morajo biti steklene, imeti morajo široko odprtino in zamašek iz brušenega stekla.

1.5 Metode vzorčenja sira

Vzorci sira se v odvisnosti od vrste, zrelosti, velikosti in oblike jemljejo po enem izmed naslednjih postopkov:

- 1) s sondiranjem s sondo za sir (trdi in poltrdi siri ter siri velikih dimenzij);
- 2) z rezanjem z ostrim nožem (mehki, trdi in poltrdi siri, siri majhnih dimenzij ter drugi siri).

Vzorci sira se jemljejo s sondiranjem tako, da se sonda za sir potisne skozi maso sira od površine proti središču enote, pri čemer mora biti mesto vboda najmanj 10 cm oddaljeno od roba bloka ali hlebca, sondira pa se lahko tudi tako, da se sonda vbode vodoravno na sredini med ravnima površinama. Sonda se izvleče, sir pa se z nožem prenese v posodo za vzorec, ne da bi se ga pri tem dotaknili z roko. Postopek se ponovi z drugega konca površine in ponavlja dokler vzorec ne tehta približno 50 g.

Odprtino, ki nastane pri sondiranju, je treba skrbno zamašiti z delom sira, izvlečenega s sondo.

Vzorci mehkih, trdih in poltrdih sirov z maso manj kot 2 kg se jemljejo z rezanjem z ostrim nožem.

Če je oblika trdega ali poltrdega sira iz prejšnjega odstavka valjasta, se sir prereže na dveh mestih (dva prereza) radialno od središča proti robu.

Če ima sir obliko bloka, se prereže na dveh mestih (dva prereza) vzporedno s stranicama bloka.

Masa vzorca mora biti približno 50 g.

Vzorec sira, ki je v posodah z veliko prostornino (sodi, čebrički ipd.), se vzame s sondo za sir, ki se potisne pravokotno na površino sira do dna posode. Sonda se izvleče, sir pa prenese v posodo za vzorec, ne da bi se ga dotaknili z roko. Postopek se ponavlja, dokler ni skupna masa vzorca približno 200 g.

Vzorec sira iz slanice se vzame tako, da se naključno izbrani kosi prerežejo z nožem na dveh mestih (dva prereza) vzporedno s stranicama bloka. Masa vzetega vzorca mora biti približno 200 g.

Kot vzorec sira, izvorno pakiranega v embalažne enote do 250 g, se vzame celo pakiranje (enota, kos).

Število vzorcev sira se določi po tabeli 4.

Tabela 4. Število vzetih vzorcev sira za analizo

Vrsta sira	Količina od katere se vzame vzorec	Število vzorcev
Jemanje vzorcev trdih in poltrdih sirov in sira iz slanice v proizvodnji in prometu:		
- z maso do 5 kg	- do 5.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 2.000 enot	najmanj po 1 vzorec
- z maso več kot 5 kg	- do 10.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 3.000 enot	najmanj po 1 vzorec
Jemanje vzorcev mehkih sirov v proizvodnji in prometu:		
- z maso do 20 kg	- do 5.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 2.000 enot	najmanj po 1 vzorec
- z maso več kot 20 kg	- do 10.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 3.000 enot	najmanj po 1 vzorec
Siri izvirno pakirani, z maso do 250 g v proizvodnji in prometu:		
	- do 5.000 enot	najmanj po 1 vzorec
	- za vsakih nadaljnjih 2.000 enot	najmanj po 1 vzorec

2. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE MLEKA IN MLEČNIH IZDELKOV

2.1 Splošno

Metode fizikalnih in kemičnih analiz zajemajo pogoje in postopke za fizikalne in kemične analize vzorcev mleka in mlečnih izdelkov zaradi preverjanja njihovih fizikalnih lastnosti in kemične sestave.

Natančnost določanja z metodami fizikalno-kemijskih analiz se ugotavlja po načelih sodobne tehnološke prakse, izraža pa se kot srednja vrednost najmanj dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik na istem vzorcu in v istem laboratoriju.

2.2 Fizikalno-kemijske analize mleka

Priprava vzorca mleka

Vzorec mleka, ki smo ga vzeli za analizo, pred samo analizo dobro premešamo tako, da ga prelivamo iz ene posode v drugo, pri tem pa pazimo, da se ne peni. Če se na površini mleka izločijo maščobne kepice, moramo posodo z mlekom dodatno segrevati tako, da jo potopimo v vodo s temperaturo do 40 °C, dokler se maščobne kepice ne raztopijo. Nato mleko dobro premešamo in ga, ko ponovno emulgira, ohladimo do temperature od 12 do 18 °C.

2.2.1 Določanje prostorninske mase mleka z laktodenzimetrom

Prostorninsko maso mleka določamo z laktodenzimetrom, ki mora biti umerjen po zakonu o merskih enotah in merilih.

Če na laktodenzimetru ni navodila za umerjanje, ga pred uporabo preverimo tako, da ga primerjamo z umerjenim laktodenzimetrom. Morebitno razliko je treba označiti in jo pri nadaljnji uporabi pri prikazovanju rezultatov upoštevati.

2.2.2 Določanje kislinske stopnje mleka

Princip

Kislinsko stopnjo mleka (SH) določamo po Soxhlet-Henklovi metodi, ki označuje število porabljenih mililitrov raztopine natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$, potrebno za nevtralizacijo 100 ml mleka z indikatorjem fenolftaleinom.

Za določanje kislinske stopnje mleka v SH uporabljamo Morresovo modifikacijo, s čimer je mišljena uporaba decimolske raztopine natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ za nevtralizacijo 100 ml mleka.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) erlenmajerice po 100 ml;
- 2) bireto;
- 3) pipeto, 20 ml;
- 4) pipeto, 1 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 2) 2 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu:
2 g fenolftaleina raztopimo v 70 %-nem (V/V) etanolu in dopolnimo z etanolom do 100 ml;
- 3) 2 %-no raztopino kobaltovega sulfata ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$):
2 g kobaltovega sulfata raztopimo v vodi in dopolnimo do 100 ml.

Postopek določanja kislinske stopnje

V erlenmajerico vlijemo 20 ml mleka in dodamo 1 ml raztopine fenolftaleina. Vsebino titriramo z decimolsko raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane svetlo rožnate barve, ki jo primerjamo s standardno barvo, pripravljeno v drugi erlenmajerici.

Standardno barvo pripravimo tako, da v drugo erlenmajerico odmerimo 20 ml istega vzorca mleka in dodamo 0,1 ml raztopine kobaltovega sulfata.

Izračun

$$\text{Kislinska stopnja (SH)} = a \cdot F \cdot 2$$

kjer je:

a – število mililitrov decimolske raztopine natrijevega hidroksida, porabljenih za nevtralizacijo 20 ml mleka;

F – faktor raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Na istem vzorcu za analizo moramo kislinsko stopnjo hkrati določiti najmanj dvakrat.

2.2.3 Določanje maščobe v mleku - Gerberjeva acidobutirometrijska metoda

Splošno

Gerberjeva acidobutirometrijska metoda se uporablja za določanje maščobe v kozjem in ovčjem mleku.

Princip

Ta metoda temelji na principu raztapljanja mlečnih beljakovin z žveplovo kislino določene koncentracije, pri čemer ostanejo kapljice mlečne maščobe suspendirane v zelo kisli raztopini in se izločajo z delovanjem centrifugalne sile. Z amilalkoholom zmanjšamo površinsko napetost in olajšamo izločanje maščobe. Količino maščobe neposredno odčitamo na skali butirometra, izražamo pa jo kot število gramov maščobe v 100 g mleka (g/100 g).

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) butirometer z zamaškom (fibu enostožčasti ali dvostožčasti);
- 2) stojalo;
- 3) Gerberjevo centrifugo;
- 4) pipete 1 ml, 10 ml in 11 ml, posebej profilirane za določanje količine maščobe v mleku po Gerberjevi metodi;
- 5) vodno kopel.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagentna:

- 1) žveplovo kislino ($\rho_{20} = 1,820 - 1,825$ g/ml), ki jo pripravimo takole:
1 liter koncentrirane žveplove kisline $\rho_{20} = 1,840$ pazljivo vlijemo v 60 ml do 70 ml destilirane vode, ohladimo na 20 °C in preverimo gostoto. Če gostota ne ustreza, dodajamo vodo oziroma koncentrirano žveplovo kislino;
- 2) amilalkohol ($\rho_{20} = 0,811$ g/ml z vreliščem 128 °C do 130 °C).

Amilalkohol pred uporabo preverimo s slepim preskusom, pri katerem uporabimo namesto mleka destilirano vodo. Pri tem ne sme amilalkohol v butirometru izločati nobene plasti, ki bi bila podobna maščobi.

Postopek določanja maščobe

V butirometer z avtomatsko pipeto odmerimo 10 ml pripravljene žveplove kisline. Pri tem pazimo, da na njegovo odprtino ne kane nobena kapljica. Potem dodamo s posebno profilirano pipeto 11 ml poprej dobro premešanega vzorca mleka. Vratu butirometra ne smemo ovlažiti z mlekom, ker bi se zamašek ovlažil in izpadal. Mleko moramo zelo pazljivo vlivati ob steni nekoliko nagnjenega butirometra, da se ne pomeša prehitro z žveplovo kislino. Nato dodamo s pipeto 1 ml amilalkohola. Butirometer zamašimo z gumenim zamaškom in nekajkrat močno pretresemo. Na koncu butirometer dvakrat ali trikrat obrnemo, da premešamo tudi tisto tekočino, ki je v butirometrovem zoženem delu.

Butirometer postavimo nato v Gerberjevo centrifugo in sicer tako, da je del z zamaškom obrnjen navzven. Pri tem pazimo, da je centrifuga enakomerno obremenjena. Centrifugiramo 5 minut pri 1.000 do 1.200 vrtljajih v minuti. Po centrifugiranju vzamemo butirometer iz centrifuge in ga z navzdol obrnjenim zamaškom postavimo v vodno kopel, segreto na 65 °C. Gladina vode v kopeli mora biti nad plastjo maščobe v butirometru. Butirometer pustimo v kopeli 3 do 5 minut, dokler se njegova vsebina ne segreje do temperature 65 °C, pri kateri odčitamo odstotek maščobe. Izločena maščoba je v zoženem delu butirometra, v katerem je skala za označevanje odstotka maščobe.

Butirometer moramo pri odčitavanju držati pokonci, tako da je zamašek obrnjen navzdol. Da bi lažje odčitali odstotek maščobe, moramo mejno črto med maščobo in drugo vsebino v butirometru s pomikanjem zamaška naravnati na razdelek, ki označuje celo število ali ničlo.

Odčitujemo tako, da zgornji meniskus izločene maščobe postavimo v višino oči. Odstotek maščobe označuje številka, ki se ujema z najnižjo točko meniskusa izločene maščobe.

Na istem vzorcu za analizo moramo maščobo določiti najmanj dvakrat.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik na istem vzorcu po isti metodi v enakih pogojih in v istem laboratoriju, ne sme biti večja od 0,1 % odčitane vrednosti.

Za določanje odstotka maščobe v posnetem mleku uporabljamo butirometre s skalo, s katere je mogoče odčitati stotine, pri čemer mora vsak razdelek na skali ustrezati 0,01 % maščobe. Butirometer s posnetim mlekom centrifugiramo dvakrat ali trikrat po 5 minut. Po vsakem centrifugiranju pustimo butirometer 5 minut v topli kopeli.

Vsebnost maščobe v mleku lahko ugotovimo tudi s posebnimi aparati, če so umerjeni po Gerberjevi metodi.

2.2.4 Določanje suhe snovi v mleku - metoda sušenja

Princip

Ta metoda temelji na principu sušenja vzorca, ki ga analiziramo, v določenih pogojih, dokler masa ni konstantna. Suhi ostanek izračunamo v odstotkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) aluminijско ali nikljevo posodo (s premerom 6 cm do 7 cm in visoko do 3 cm) s pokrovom, ki se zlahka snema;
- 3) ustrezno dolgo stekleno palčko;
- 4) laboratorijski sušilnik pri $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;
- 5) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 6) pesek, izpran s 5 %-no raztopino klorovodikove kisline, ostanki HCl, v njem pa z destilirano vodo, posušen in nato izžarjen.

Postopek sušenja

V poprej posušeno in stehtano kovinsko posodo s stekleno palčko in z 10 do 15 g izžarjenega peska odtehtamo z natančnostjo 0,001 g približno 3 g mleka. Mleko s palčko zmešamo s peskom in sušimo 2 uri v sušilniku pri temperaturi $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Pri tem moramo postaviti pokrov poleg posode. Nato posodo pokrijemo, vzamemo iz sušilnika, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Posodo ponovno postavimo v sušilnik in sušimo še eno uro, nato pa jo na enak način vzamemo ven, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Sušenje ponavljamo, dokler razlika med rezultatoma dveh zaporednih tehtanj ni manjša od 0,5 mg ali dokler se ne začne povečevati masa. Za izračun vzamemo vrednost mase pred povečanjem.

Izračun

$$\text{Količina suhe snovi v odstotkih} = \frac{b}{a} \cdot 100$$

kjer je:

a – odtehtana količina mleka v g;

b – ostanek po sušenju v g (razlika med maso posode z ostankom po sušenju in maso prazne posode).

Na istem vzorcu za analizo moramo količino suhe snovi določiti najmanj dvakrat.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik na istem vzorcu po isti metodi v enakih pogojih in v istem laboratoriju, ne sme biti večja od 0,05 % relativne vrednosti.

Suho snov v mleku lahko določimo tudi po hitrem postopku s posebnimi aparati, če so umerjeni po metodi določanja suhe snovi s sušenjem, ki je predpisana s tem pravilnikom. Za hitro določanje suhe snovi v mleku lahko uporabljamo tudi računsko metodo (Fleischmannovo ali drugo formulo), če se rezultati ne razlikujejo od rezultatov, dobljenih za suho snov po metodi sušenja.

2.2.5 Dokazovanje pasterizacije mleka*A. Fosfatazni preskus z metodo po Andersenu in Petersenu***Princip in uporaba**

Ta metoda temelji na principu dokazovanja alkalne fosfataze, ki katalizira hidrolizo estrov fosforjeve kisline, pri čemer se sprošča fenol, ki daje z dibromhinonklorimidom modro barvo. Metodo uporabljamo za dokazovanje fosfataze pri nizki pasterizaciji mleka (30 minut pri 63 °C do 65 °C) in kratkotrajni pasterizaciji mleka (40 sekund pri 71 °C do 74 °C oziroma 15 sekund pri 74 °C do 76 °C).

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) erlenmajerico 100 ml;
- 2) pipete 10 ml, 5 ml in 1 ml;
- 3) menzuro 50 ml;
- 4) vodno kopel.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) puferno raztopino A: 2,2 g anhidriranega natrijevega karbonata in 8,7 g natrijevega bikarbonata raztopimo v vodi in dopolnimo do 1000 ml;
- 2) substratno raztopino B: 1,1 g dinatrijevega fenilfosfata raztopimo v destilirani vodi in dopolnimo do 1000 ml;
- 3) reagent na fenol, raztopino C: 50 mg 2,6 didromhinonklorimida raztopimo v 8 ml 96 %-nega etanola. Raztopina mora biti rumena; hraniti jo moramo v hladilniku.

Postopek dokazovanja fosfataze

Pripravimo zmes raztopine A in raztopine B tako, da dodamo na 50 ml s pipeto odmerjene raztopine A 5 ml raztopine B. Od te zmesi odmerimo s pipeto 10 ml in prenesemo v epruveto. Dodamo 1 ml mleka, pretresemo in pustimo 15 minut v vodni kopeli ali termostatu pri temperaturi 38 °C. Nato kanemo v isto epruveto nekaj kapljic raztopine C in vsebino pretresemo. Surovo in premalo pasterizirano mleko obarva raztopino v modro.

B. Peroksidazni preskus s Storchovo metodo

Princip in uporaba

Peroksidaza katalizira razkrajanje vodikovega peroksida na vodo in nascentni kisik. Taka reakcija nastane samo ob prisotnosti akceptorja kisika. Pri uporabi te metode je akceptor parafenilendiamin, ki obarva raztopino v modro.

To metodo uporabljamo za dokazovanje peroksidaze pri visoki pasterizaciji mleka pri 80 °C in po kuhanju mleka.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) epruvete;
- 2) pipeto, 5 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) 2 %-no (m/V) raztopino parafenilendiamina, ki jo moramo pred uporabo preveriti, ker ni obstojna;
- 2) 1 %-no (V/V) raztopino vodikovega peroksida (sveže pripravljeno).

Postopek dokazovanja peroksidaze

S pipeto odmerimo v epruveto 5 ml mleka. Dodamo 2 kapljici 2 %-ne raztopine parafenilendiamina in eno kapljico 1 %-ne raztopine vodikovega peroksida. Pustimo, da reagira eno minuto. Če se mleko obarva v modro, pomeni, da je reakcija pozitivna, kar je dokaz, da mleko ni bilo segreto pri temperaturi več kot 80 °C. Kuhano mleko in mleko, segreto pri temperaturi več kot 80 °C, ima negativno reakcijo oziroma ostane belo.

2.2.6 Dokazovanje nesnage v mleku

Princip in uporaba

Ta metoda temelji na principu, da ostane nesnaga v mleku na filtru, ko mleko precedimo skozi posebne filtre.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo naslednjo aparaturo in pribor:

- 1) valj, ki ima namesto dna filter iz vate ali belega platna;
- 2) kontrolni standardni filter.

Postopek

V valj s filtrom vlijemo 500 ml mleka in počakamo, da se precedi. Nesnaga iz mleka ostane na filtru, po njeni količini pa ocenimo stopnjo čistosti mleka.

2.2.7 Določanje zmrzišča mleka

Princip in uporaba

Zmrzišče mleka je temperatura, pri kateri prehaja mleko iz tekočega v trdno agregatno stanje, njegova normalna vrednost pa je 0,55 °C. V odvisnosti od količine laktoze in mineralnih snovi lahko zmrzišče varira od 0,52 °C do 0,56 °C, njegova vrednost pod in nad tema mejama pa opozarja na to, da je bilo mleko ponarejeno z vodo.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) termometer za določanje zmrzišča tekočine (Beckmanov);
- 2) posodo s pokrovom za hlajenje epruvet z mlekom, ki ga zamrzujemo;
- 3) epruveto za zamrzovanje mleka;
- 4) posodo s hladilno zmesjo in pokrovom, v katero postavimo epruveto za zamrzovanje mleka, s kontrolnim termometrom in mešalnikom;
- 5) kuhinjsko sol;
- 6) zdrobljeni led.

Postopek določanja zmrzišča

V epruveto za zamrzovanje vlijemo 20 ml do 30 ml pripravljenega vzorca mleka, tako da je nivo mleka nad rezervoarjem živega srebra v termometru. Epruveto zamašimo z gumenim zamaškom, v katerega sta vstavljena Beckmanov termometer in majhen mešalnik. Termometer se ne sme dotikati sten epruvete.

Epruveto z mlekom najprej ohladimo v zmesi vode in ledu približno do 0 °C, potem jo postavimo v širšo epruveto (da bi bila zračna plast izolator), obe epruveti pa v posodo z zmesjo ledu in kuhinjske soli, katere temperatura mora biti od –3 °C do –6 °C.

Mleko počasi mešamo z mešalnikom, ki ga izmenično spustimo in dvignemo enkrat v sekundi, pri čemer se ne sme dotikati sten epruvete in mora biti stalno potopljen v mleko. Hkrati opazujemo živo srebro v termometru, ki se hitro spusti pod zmrzišče, čeprav mleko še ni začelo zmrzovati. Ko pa mleko začne zmrzovati, se nivo živega srebra v cevi počasi dviguje, nato pa ustavi in ostane na isti višini, dokler traja zmrzovanje – približno 1 minuto. Vrednost odčitamo na termometru in jo označimo kot temperaturo zmrzovanja. Epruveto z mlekom vzamemo iz naprave in mleko stopimo.

Za lažje odčitavanje temperature zmrzovanja uporabljamo lupo, ki jo s posebno ščipalko pritrdimo na termometer, kar omogoča odčitavanje z natančnostjo 0,001 °C.

Na istem vzorcu za analizo moramo zmrzišče določiti najmanj dvakrat.

Rezultat odčitavanja zmrzišča mleka izražamo v stopinjah Celzija. Če je kislinjska stopnja mleka, katerega zmrzišče določamo, več kot 7 SH, odštejemo za vsako kislinjsko stopnjo nad 7 od odčitane temperature zmrzišča 0,008 °C. Za kislinjsko stopnjo mleka nad 9 SH rezultati niso točni.

Izračun

$$\text{Odstotek vode} = 100 (t - t_1) / t$$

kjer je:

t – temperatura zmrzovanja mleka normalne sestave v °C;

t₁ – temperatura zmrzovanja mleka, ki ga analiziramo v °C.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, opravljenih hkrati ali neposredno drugo za drugim, ne sme biti večja od ± 0,002 °C.

2.2.8 Določanje refrakcije mlečnega seruma

Princip in uporaba

Ta metoda temelji na principu odčitavanj vrednosti refrakcije mlečnega seruma zaradi laktoze in mineralnih snovi v mleku, katerih koncentracija je v glavnem konstantna. Vrednost refrakcije mlečnega seruma se giblje normalno v mejah od 38 do 42 refrakcijskih stopinj (merjeno z refraktometrom) in znaša v povprečju 39 ° pri 17,5 °C. Dodana voda zmanjšuje koncentracijo laktoze in mineralnih snovi, zaradi česar se znižuje refrakcijska stopnja.

Z določanjem refrakcije mlečnega seruma približno ugotovimo odstotek vode, če je bilo mleko z njo ponarejeno.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) refraktometer, imerzijski s kopeljo;
- 2) vodno kopel;
- 3) epruveto, dolgo 30 cm, s premerom 2 cm, z gumenim zamaškom, v katerega je vstavljena 30 cm do 50 cm dolga steklena cev;
- 4) pipeti, 1 ml in 50 ml;
- 5) lij s filtrirnim papirjem s premerom 7 cm.

Reagenti

Uporabljamo naslednji reagent:

Raztopino kalcijevega klorida: 200 g brezvodnega CaCl_2 raztopimo v 1000 ml vode. Prostorninska masa raztopine kalcijevega klorida mora biti 1,1375, pri razredčitvi z destilirano vodo v razmerju 1 : 10 pri temperaturi 17,5 °C pa mora kazati 26 refrakcijskih stopinj.

Določanje refrakcijske stopnje

S pipeto odmerimo v epruveto 30 ml mleka in dodamo 0,25 ml raztopine kalcijevega klorida. Epruveto z vsebino dobro pretresemo in zamašimo z gumenim zamaškom, v katerega je vstavljena steklena cev za kondenziranje pare, in jo za 15 minut postavimo v vrelo vodno kopel. Nivo vode v vodni kopeli mora biti višji od nivoja mleka v epruveti, da bi dobili bister serum. Po 15-minutnem segrevanju se mleko sesiri in izloči mlečni serum. S stekleno palčko posnamemo sesirek s sten epruvete, epruveto nekoliko nagnemo, da z njene stene speremo kondenzirano vodo. Nato vsebino ohladimo in filtriramo skozi lij s filtrirnim papirjem.

Dobljeni serum, ki mora biti popolnoma bister, zlijemo v stekleni kozarec in postavimo v vodno kopel refraktometra, katerega temperatura je nastavljena na 17,5 °C. Skozi zastekljeno odprtino na dnu kopeli z ogledalom usmerimo svetlobo proti kozarcu s serumom. Ko temperatura seruma s potopljeno prizmo doseže 17,5 °C (kontroliramo s termometrom), odčitamo z natančnostjo 0,1 na skali refraktometra vrednost refrakcijske stopnje. Odčitamo tisto številko, ki je na mejni črti med svetlim in temnim poljem na skali refraktometra.

Na istem vzorcu za analizo moramo refrakcijsko stopnjo določiti najmanj dvakrat.

Izračun

$$\text{Odstotek dodane vode} = (39 - R) \cdot 100 / 24$$

kjer je:

R – odčitana refrakcijska stopnja mlečnega seruma;

39 – povprečna vrednost refrakcijske stopnje mlečnega seruma normalnega kravjega mleka;

24 – razlika med refrakcijsko stopnjo mlečnega seruma normalnega mleka in refrakcijsko stopnjo vode (39 – 15 = 24).

Refraktometer umerimo z destilirano vodo s temperaturo 17,5 °C, pri čemer mora kazati refrakcijsko stopnjo 15.

2.3 Fizikalno-kemijske analize kislega mleka in jogurta

Priprava vzorca

Izvirno pakiranje kislega mleka ali jogurta oziroma skupno količino vzorca izdelka dobro premešamo z žlico ali vsebino dobro pretresemo, nato pa odmerimo toliko laboratorijskega vzorca, kolikor ga potrebujemo za kemične analize.

2.3.1 Določanje maščobe v kislem mleku in jogurtu - Gerberjeva metoda

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) vodno kopel;
- 2) butirometer za mleko;
- 3) Gerberjevo centrifugo;
- 4) pipete, 1 ml, 10 ml in 11 ml, posebej profilirane za določanje odstotka maščobe v mleku po Gerberjevi metodi;
- 5) erlenmajerico, 250 ml;
- 6) menzuro, 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) žveplovo kislino ($\rho_{20} = 1,820 - 1,825$ g/ml);
- 2) amilalkohol $\rho_{20} = 0,811$ g/ml z vreliščem 128 °C (preverjen s slepim preskusom);
- 3) 10 %-no raztopino amoniaka.

Postopek določanja maščobe

V erlenmajerico odmerimo z menzuro 90 ml pripravljenega vzorca kislega mleka ali jogurta in dodamo 10 ml 10 %-ne raztopine amoniaka, nato pa vsebino pazljivo premešamo.

V butirometer za mleko zelo pazljivo vlijemo 10 ml žveplove kisline in dodamo 11 ml kislega mleka ali jogurta z dodatkom amoniakove raztopine in 1 ml amilalkohola.

Maščobo v kislem mleku ali jogurtu naprej določamo po postopku, ki je s tem pravilnikom predpisan za določanje maščobe v mleku.

Izračun

$$\text{Odstotek maščobe} = a + 10 \% \cdot a$$

kjer je:

a – odstotek maščobe, odčitane na skali butirometra.

2.3.2 Določanje kislinske stopnje kislega mleka in jogurta

Princip in uporaba

Ta metoda temelji na principu določanja kislinske stopnje kislega mleka oziroma jogurta (SH) po Soxhlet-Henklovem postopku, ki označuje število mililitrov raztopine natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (modifikacija po Morresu), porabljenih za nevtralizacijo 100 ml kislega mleka ob fenolftaleinu kot indikatorju.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) erlenmajerico, 100 ml;
- 2) pipeti, 20 ml in 1 ml;
- 3) bireto.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) 2 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu;
- 2) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Postopek določanja kislinske stopnje

V erlenmajerico 100 ml odtehtamo z natančnostjo 0,001 g 20 g kislega mleka ali jogurta in razredčimo z 20 ml destilirane vode. Dodamo 2 ml 2 %-ne raztopine fenolftaleina v etanolu in vsebino titriramo z 0,1 molsko raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane rožnate barve, ki mora biti obstojna pol minute.

Na istem vzorcu za analizo moramo kislinsko stopnjo določiti najmanj dvakrat.

Izračun

$$\text{Kislinska stopnja (SH)} = a \cdot f \cdot 2$$

kjer je:

- a – število mililitrov decimolske raztopine natrijevega hidroksida, porabljenih za nevtralizacijo 20 ml mleka;
- F – faktor raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik, ne sme biti večja od $\pm 0,4 \text{ SH}$.

2.3.3 Določanje suhe snovi v kislem mleku in jogurtu - metoda sušenja

Princip

Ta metoda temelji na principu sušenja vzorca, ki ga analiziramo, v določenih pogojih, dokler masa ni konstantna. Suhi ostanek izračunamo v odstotkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) aluminijsko ali nikljevo posodo (s premerom 6 cm do 7 cm in visoko do 3 cm) s pokrovom, ki se zlahka snema;
- 3) ustrezno dolgo stekleno palčko;
- 4) laboratorijski sušilnik pri $102 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$;

- 5) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 6) pesek, izpran s 5 %-no raztopino klorovodikove kisline, ostanki HCl, v njem pa z destilirano vodo, posušen in nato izžarjen.

Postopek sušenja

V poprej posušeno in stehtano kovinsko posodo s stekleno palčko in z 10 do 15 g izžarjenega peska odtehtamo z natančnostjo 0,001 g približno 3 g mleka. Mleko s palčko zmešamo s peskom in sušimo 2 uri v sušilniku pri temperaturi $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pri tem moramo postaviti pokrov poleg posode. Nato posodo pokrijemo, vzamemo iz sušilnika, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Posodo ponovno postavimo v sušilnik in sušimo še eno uro, nato pa jo na enak način vzamemo ven, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Sušenje ponavljamo, dokler razlika med rezultatom dveh zaporednih tehtanj ni manjša od 0,5 mg ali dokler se ne začne povečevati masa. Za izračun vzamemo vrednost mase pred povečanjem.

Izračun

$$\text{Količina suhe snovi v odstotkih} = \frac{a}{b} \cdot 100$$

kjer je:

a – odtehtana količina mleka v g;

b – ostanek po sušenju v g (razlika med maso posode z ostankom po sušenju in maso prazne posode).

Na istem vzorcu za analizo moramo količino suhe snovi določiti najmanj dvakrat.

Razlika med rezultatom dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik na istem vzorcu po isti metodi v enakih pogojih in v istem laboratoriju, ne sme biti večja od 0,05 % relativne vrednosti.

Suho snov v mleku lahko določimo tudi po hitrem postopku s posebnimi aparati, če so umerjeni po metodi določanja suhe snovi s sušenjem. Za hitro določanje suhe snovi v mleku lahko uporabljamo tudi računsko metodo (Fleischmannovo ali drugo formulo), če se rezultati ne razlikujejo od rezultatov, dobljenih za suho snov po metodi sušenja.

2.4 Fizikalno-kemijske analize zgoščenega mleka

Zgoščeno mleko je evaporirano mleko oziroma zgoščeno mleko brez dodanega sladkorja in kondenzirano mleko oziroma zgoščeno mleko z dodanim sladkorjem.

Priprava vzorca

Izvirno pakiranje ali količino vzorca za analizo homogeniziramo z žlico in odmerimo najmanj 200 ml oziroma 200 g kot količino, potrebno za kemične analize.

Pri kondenziranem mleku moramo pločevinko poprej postaviti v vodno kopel na $40\text{ }^{\circ}\text{C}$, nato pa vsebino premešati in preliti v stekleno posodo z zamaškom iz brušenega stekla.

2.4.1 Določanje suhe snovi v zgoščenem mleku

Princip

Suho snov v zgoščenem mleku določamo s sušenjem vzorca v določenih pogojih, dokler masa ni konstantna.

Rezultat pomeni suho snov v zgoščenem mleku in ga izražamo v odstotkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aluminijasto posodo s premerom 6 cm in visoko 3 cm, s pokrovom in stekleno palčko;
- 2) vodno kopel;
- 3) laboratorijski sušilnik;
- 4) eksikator;
- 5) izžarjen pesek.

Postopek sušenja

V aluminijasto posodo odtehtamo približno 25 g peska, nato pa jo skupaj s palčko in snetim pokrovom sušimo 2 uri v sušilniku pri temperaturi od 98 °C do 100 °C. Po sušenju posodo ohladimo v eksikatorju in stehtamo.

V posušeno in stehtano posodo damo 1,5 g pripravljenega vzorca zgoščenega mleka, ki smo ga stehtali z natančnostjo 0,001 g. Dodamo 5 ml destilirane vode in vsebino premešamo s stekleno palčko. Nato posodo z vzorcem skupaj s snetim pokrovom in palčko sušimo 1,5 ure pri temperaturi od 98 °C do 100 °C. Posodo potem hitro pokrijemo, ohladimo v eksikatorju, stehtamo in ponovno sušimo 1 uro v enakih pogojih. Izmenično sušimo in tehtamo, dokler razlika med rezultatom dveh zaporednih tehtanj ni manjša od 0,5 mg ali dokler se masa ne začne povečevati.

Izračun

$$\text{Odstotek suhe snovi} = \frac{b}{a} \cdot 100$$

kjer je:

a – odtehtana masa vzorca v gramih;

b – masa stehtane količine vzorca po sušenju.

Na istem vzorcu za analizo moramo odstotek suhe snovi določiti najmanj dvakrat.

2.4.2 Določanje maščobe v zgoščenem mleku*A. Določanje maščobe v evaporiranem mleku po Gerberjevi metodi*

Ta metoda temelji na principu raztapljanja mlečnih beljakovin z žveplovo kislino predpisane koncentracije, pri čemer ostanejo maščobne kapljice suspendirane v zelo kisli raztopini in se izločijo z delovanjem centrifugalne sile. Dodajanje amilalkohola olajšuje izločanje maščobe, ker zmanjšuje površinsko napetost.

Vsebnost maščobe odčitamo neposredno na skali butirometra in jo izrazimo s številom gramov maščobe v 100 g mleka (g/100 g).

Aparatura in pribor

Aparatura in pribor sta enaka kot za določanje maščobe v mleku po Gerberjevi metodi.

Reagenti

Reagenti so enaki kot za določanje maščobe v mleku po Gerberjevi metodi.

Priprava vzorca

V erlenmajerico odtehtamo z natančnostjo 0,001 g 50 g evaporiranega mleka, razredčimo s 50 ml vode in dobro premešamo.

Postopek določanja maščobe

Maščobo določamo enako kot maščobo v mleku po Gerberjevi metodi.

Če je bilo evaporirano mleko med proizvodnjo homogenizirano, se maščoba težje izloča, zato butirometer z vsebino za analizo trikrat izmenično centrifugiramo in segrevamo v vroči vodi pri 65 °C, dokler višina maščobne plasti v butirometru ni konstantna.

Izračun

$$\text{Mlečna maščoba v odstotkih} = a \cdot 2$$

kjer je:

a – odstotek maščobe, odčitano na skali butirometra.

*B. Določanje maščobe v kondenziranem mleku po Gerberjevi metodi***Aparatura in pribor**

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) merilno bučko, 100 ml;
- 2) analitsko tehtnico.

Druga aparatura, naprave in reagenti so enaki kot za določanje maščobe v mleku po Gerberjevi metodi.

Postopek določanja maščobe

Odtehamo 30 g kondenziranega mleka in ga kvantitativno z ustrezno količino destilirane vode prenesemo v merilno bučko 100 ml, nato pa dopolnimo z vodo do oznake.

Nadaljnji postopek je enak kot za določanje maščobe v mleku po Gerberjevi metodi, ki je predpisana s tem pravilnikom.

Odstotek maščobe, ki ga odčitamo na butirometru, preračunamo na navadno mleko.

Na istem vzorcu za analizo moramo maščobo določiti najmanj dvakrat.

Izračun

$$\text{Vsebnost maščobe v odstotkih} = \frac{100 \cdot m}{a}$$

kjer je:

m – odstotek maščobe, odčitano na skali butirometra;

a – masa kondenziranega mleka.

Pri določanju maščobe v kondenziranem mleku, izdelanem iz homogeniziranega mleka, moramo butirometre centrifugirati dva do trikrat, v času med enim in drugim centrifugiranjem pa segrevati v vodni kopeli pri 40 °C.

Te metode ne moremo uporabljati za nerazredčeno sladkano kondenzirano mleko, ker je zaradi delovanja žveplove kisline na sladkorje, ki potemniijo, rezultate težko odčitati.

2.4.3 Določanje laktoze in saharoze v zgoščenem mleku

Princip

Ta metoda temelji na principu redukcije Fehlingove raztopine z laktozo kot reducirajočim sladkorjem in indirektne titracije nastalega bakrovega (I) oksida z raztopino kalijevega permanganata.

Saharozo kot disaharid moramo prej invertirati v glukozo in fruktozo. Skupno vrednost saharoze izračunamo iz razlike med količino reducirajočih sladkorjev pred inverzijo in po njej.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) merilni bučki, 200 in 500 ml (po 2 bučki);
- 3) erlenmajerico, 300 ml (po 2 erlenmajerici);
- 4) erlenmajerico, 300 ml s širokim vratom in urnim steklom za pokrivanje;
- 5) pipete, 5, 10, 15 in 25 ml (po 2 pipeti) in pipeto 50 ml;
- 6) lij;
- 7) filtrirni papir;
- 8) lakmusov papir (modri);
- 9) filtrirni lonček G-4 (2 lončka);
- 10) menzuro 100 ml;
- 11) steklenico za filtriranje pod vakuumom;
- 12) bireto.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) Fehlingovo raztopino I: odtehtamo 69,378 g perhidratnega bakrovega sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) in dopolnimo z destilirano vodo do 1000 ml;
- 2) Fehlingovo raztopino II: odtehtamo 346 g kalijnatrijevega tartarata (Seignettove soli) in 103,2 g natrijevega hidroksida (NaOH) ter dopolnimo z destilirano vodo do 1000 ml;
- 3) raztopino natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 4) nasičeno raztopino natrijevega fluorida;
- 5) raztopino klorovodikove kisline c (HCl) = 1 mol/l;
- 6) raztopino kalijevega permanganata c ($1/5 \text{KMnO}_4$) = 0,1 mol/l;
- 7) raztopino železo (III) amonijevega sulfata: odtehtamo 100 g železo (III) amonijevega sulfata in raztopimo v vodi, dodamo 50 ml koncentrirane žveplove kisline in dopolnimo z vodo do 1000 ml;
- 8) raztopino natrijevega hidroksida c (NaOH) = 1 mol/l.

Priprava vzorca za analizo

Z natančnostjo 0,001 g odtehtamo 25 g zgoščenega mleka, razredčimo ga s 75 ml vode in premešamo.

a) Postopek določanja laktoze

V merilno bučko 500 ml odtehtamo z natančnostjo 0,001 g 40 g zgoščenega mleka (ki smo ga razredčili z vodo). Dodamo 15 ml Fehlingove raztopine I, 25 ml enomolske raztopine natrijevega hidroksida in 2 ml nasičene raztopine natrijevega fluorida. Merilno bučko dopolnimo z vodo do oznake, vsebino premešamo in pustimo, da se usedlina usede, nato pa filtriramo. Filtrat mora biti bister in ga uporabljamo za določanje laktoze in saharoze.

Za določanje laktoze odmerimo v erlenmajerico s pipeto 100 ml filtra in dodamo po 25 ml Fehlingove raztopine I in Fehlingove raztopine II. Erlenmajerico pokrijemo z urnim steklom, segrevamo in pustimo, da vre 6 minut. Nato erlenmajerico z vsebino ohladimo pod vodnim curkom, pustimo, da se usedlina usede in vsebino precedimo skozi filtrirni lonček G-4, da bi izprali bakrov sulfat. Pri izpiranju usedlina v filtrirnem lončku ne sme ostati brez vode. Največ bakrovega oksida mora ostati v posodi, v kateri smo segrevali filtrat.

Po izpiranju postavimo filtrirni lonček na drugo čisto cedilno steklenico in vlijemo skozenj 50 ml železo (III) amonijevega sulfata, ki raztopi usedlino na filtru. Nato filtrirni lonček nekajkrat izperemo z destilirano vodo. Tako dobljeni filtrat prenesemo v posodo, v kateri smo reducirali oziroma segrevali in v kateri je največ bakrovega oksida. Ko se usedlina popolnoma raztopi, postane raztopina modro zelena. Raztopino titriramo z decimolsko raztopino kalijevega permanganata, dokler ne postane rjava zelene barve, ki se ne spremeni. Iz porabljene količine decimolske raztopine kalijevega permanganata izračunamo ekvivalentno količino bakra.

1 ml decimolske raztopine kalijevega permanganata ustreza 6,36 mg bakra.

Iz tabele za izračun invertnega sladkorja, laktoze in saharoze (tabela 5) preberemo ustrezno količino sladkorja.

Če v tabeli 5 ni navedena dobljena količina bakra, vzamemo najbližjo vrednost, navedeno v tabeli in njej ustrezno količino laktoze ter na podlagi tega izračunamo količino laktoze, ki ustreza dobljeni količini bakra, po naslednjem obrazcu:

$$X = \frac{b \cdot c}{a}$$

kjer je:

a – količina bakra v tabeli (najbližja vrednost);

b – ustrezna količina laktoze;

X – količina laktoze, ki ustreza dobljeni vrednosti bakra;

c – vrednost bakra, dobljena pri analizi.

Izračun

Vsebnost laktoze v odstotkih = količina laktoze · 100 / količina zgoščenega mleka

b) Postopek določanja saharoze

Za določanje saharoze odmerimo s pipeto 50 ml filtrata v 200 ml merilno bučko, dodamo 2 ml enomolske raztopine klorovodikove kisline in segrevamo 30 minut v vreli vodni kopeli, da pride do inverzije saharoze. Nato vsebino ohladimo na 20 °C, damo v merilno bučko košček lakmusovega papirja ter raztopino pazljivo nevtraliziramo tako, da ji po kapljicah dodajamo enomolsko raztopino natrijevega hidroksida. Nato merilno bučko dopolnimo z vodo do oznake. Skupni invertni sladkor v dobljeni raztopini določimo po naslednjem postopku: v erlenmajerico s pipeto odmerimo po 25 ml Fehlingove raztopine I in Fehlingove raztopine II, segrevamo, dokler ne zavre in dodamo 50 ml raztopine, ki vsebuje invertni sladkor. Pokrito erlenmajerico segrevamo, dokler vsebina ne zavre. Vsebinska mora vreti 2 minuti, nato pa jo ohladimo in ravnamo naprej kot pri določanju laktoze.

Vsebnost skupnega invertnega sladkorja izračunamo iz podatkov v tabeli 5, navedenih za količino bakrovega (I) oksida. Ugotovljena količina skupnega invertnega sladkorja ustreza količini 0,25 g navadnega mleka. Da bi dobili vrednost invertnega sladkorja v odstotkih, dobljeno količino pomnožimo s 100. Od te vrednosti odštejemo vrednost laktoze, vendar moramo njeno vrednost, izračunano po prejšnjem postopku, deliti z 1,4, da bi bila izkazana v vrednosti invertne laktoze.

Količino invertnega sladkorja, ki ustreza količini saharoze, izračunamo iz razlike med skupno količino invertnega sladkorja in količino invertne laktoze. Invertni sladkor preračunamo v saharozo tako, da dobljeno vrednost pomnožimo s faktorjem 0,95. Dobljena vrednost pomeni skupno saharozo v analiziranem zgoščenem mleku.

Na istem vzorcu za analizo moramo saharozo določiti najmanj dvakrat.

2.5 Fizikalno-kemijske analize mleka v prahu

Priprava vzorca

Za analizo mleka v prahu vzamemo izvirno pakiranje ali 300 g vzorca za analizo. V pločevinasto ali stekleno posodo, katere prostornina je najmanj dvakrat večja od prostornine vzorca za analizo, stresemo mleko v prahu. Posodo zapremo, dobro pretresemo in nekajkrat obrnemo, da se vsebina premeša, takoj nato pa odtehtamo toliko mleka v prahu, kolikor ga potrebujemo za ustrezno analizo. Analizo moramo začeti takoj, da mleko v prahu ne bi vpilo vlage iz zraka.

2.5.1 Rekonstituiranje mleka iz mleka v prahu

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) merilno bučko 100 ml;
- 2) porcelansko terilnico s pestilom;
- 3) lij.

Postopek rekonstituiranja mleka

Odtehtamo 12,5 g polnomastnega mleka v prahu oziroma 9 g posnetega mleka v prahu, ki ga v terilnici pazljivo zmešamo z destilirano vodo (temperatura 50 °C), da ne bi ostale kepice mleka v prahu. Zmes vode in mleka prelijemo v merilno bučko, terilnico pa izpiramo z destilirano vodo, dokler vsega mleka ne prenesemo v merilno bučko. Nato vsebino ohladimo in merilno bučko dopolnimo z vodo do oznake.

2.5.2 Določanje vode v mleku v prahu

Princip in uporaba

Ta metoda temelji na principu sušenja odtehtane količine vzorca mleka v prahu do konstantne mase.

Uporabljamo jo za določanje vode v mleku v prahu; rezultat izrazimo v odstotkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aluminijasto posodo s premerom 6 cm in visoko 3 cm, s pokrovom;
- 2) sušilnik;
- 3) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 4) analitsko tehtnico.

Postopek določanja vode

Aluminijsko posodo sušimo 1 uro v sušilniku pri 102 °C (± 2 °C). Nato jo vzamemo ven, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Z natančnostjo 0,01 g odtehtamo v posodo 1 g mleka v prahu in posodo takoj zapremo. Vzorec mleka v prahu sušimo v odkriti aluminijski posodi 2 uri pri temperaturi 102 °C (± 2 °C), nato pa posodo pokrijemo, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Sušenje ponavljamo, dokler razlika med rezultatoma dveh zaporednih tehtanj ni več kot 0,0005 g ali dokler se masa ne poveča.

Na istem vzorcu za analizo moramo vodo določiti najmanj dvakrat.

Izračun

$$\text{Odstotek vode v mleku v prahu} = \frac{a - b}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a – masa aluminijske posode s pokrovom in odtehtano količino vzorca pred sušenjem v g;

b – masa aluminijske posode s pokrovom in vzorcem po sušenju, v g;

c – masa odtehtanega vzorca, v g.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, opravljenih hkrati ali neposredno drugo za drugim, ne sme biti večja od $\pm 0,06$ %.

2.5.3 Določanje maščobe v mleku v prahu*A. Določanje maščobe v mleku, rekonstituiranem iz mleka v prahu*

Maščobo v mleku v prahu določamo popolnoma enako kot maščobo v mleku, pri čemer moramo obvezno uporabljati posebno profilirane butirometre za smetano.

Izračun

$$\text{Odstotek maščobe v polnomastnem mleku} = a \cdot 8$$

kjer je:

a – odstotek maščobe, odčitane na skali butirometra.

$$\text{Odstotek maščobe v posnetem mleku} = a \cdot 11,1$$

kjer je:

a – odstotek maščobe, odčitane na skali butirometra.

*B. Določanje maščobe v mleku v prahu - acidobutiometrijska metoda***Aparatura in pribor**

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) vodno kopel;
- 2) butirometer za smetano (za 5 g smetane);
- 3) centrifugo;
- 4) pipeti, 10 ml in 1 ml;
- 5) graduirano pipeto, 10 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) amilalkohol ($\rho_{20} = 0,811$ g/ml) z vreliščem od 128 do 130 °C (preverjen s slepim preskusom);
- 2) žveplovo kislino ($\rho_{20} = 0,820 - 1,825$ g/ml).

Postopek določanja maščobe

V butirometer za smetano odmerimo 10 ml žveplove kisline in previdno dodamo 7,5 ml vode in 1 ml amilalkohola. V to vsebino stresemo 2,5 g mleka v prahu, ki smo ga z natančnostjo 0,001 g stehtali na gladkem papirju. Butirometer zamašimo z gumenim zamaškom in pretresemo (ne smemo ga obračati), da se mleko raztopi v razširjenem delu butirometra. Butirometer segrevamo v vodni kopeli, dokler se mleko v prahu popolnoma ne raztopi. Najprej določamo maščobo v mleku v prahu kot maščobo v mleku, t.j. po Gerberjevi metodi. Na istem vzorcu za analizo moramo maščobo določiti najmanj dvakrat.

2.5.4 Določanje kislinske stopnje mleka v prahu

Kislinsko stopnjo mleka v prahu določamo v mleku, rekonstituiranem iz mleka v prahu, po metodi za določanje kislinske stopnje mleka.

2.5.5 Preskušanje topnosti mleka v prahu**Princip in uporaba**

Ta metoda temelji na principu ugotavljanja topnosti suhe snovi iz mleka v prahu v mleku, rekonstituiranem iz mleka v prahu, po njej pa določamo odstotek topnosti mleka v prahu v rekonstituiranem mleku.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) merilno bučko, 100 ml;
- 2) porcelansko terilnico s pestilom;
- 3) lij.

Mleko v prahu rekonstituiramo po postopku, ki je s tem pravilnikom predpisan za mleko v prahu. Mleko, rekonstituirano iz mleka v prahu, pustimo stati 4 ure v merilni bučki 100 ml. Ne da bi vsebino premešali, odtehtamo z natančnostjo 0,001 g 3 g kot vzorec za analizo in določimo suho snov po metodi, ki je s tem pravilnikom predpisana za mleko. Hkrati določimo suho snov v mleku v prahu.

Izračun

$$\text{Odstotek topnosti mleka v prahu} = \frac{b \cdot 100}{a}$$

kjer je:

- a – suha snov v odtehtanem mleku v prahu (označuje suho snov v 12,5 g polnomastnega oziroma 9 g posnetega mleka v prahu, odtehtanega za rekonstituiranje);
- b – suha snov v rekonstituiranem mleku.

2.5.6 Dokazovanje fosfataze v mleku v prahu

Fosfatazo v mleku v prahu dokazujemo v mleku rekonstituiranem iz mleka v prahu, z metodo za dokazovanje fosfataze v mleku (točka 2.2.5).

2.6 Fizikalno-kemijske analize smetane

Priprava vzorca

Za vso analizo potrebujemo 100 do 200 ml smetane, za določanje samo maščobe pa 50 ml smetane.

Da bi smetano lažje odmerili s pipeto ali če so v njej izločeni delci surovega masla, jo ob mešanju segrejemo v topli kopeli do 35 °C oziroma 40 °C, dokler se popolnoma ne homogenizira.

Vzorec pred analizo dobro premešamo tako, da ga večkrat prelijemo iz ene posode v drugo.

2.6.1 Določanje maščobe v smetani z butirometrom za smetano

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) butirometer za smetano;
- 2) pipeti, 10 ml in 1 ml (kot za mleko);
- 3) polnilne pipete, 5 ml;
- 4) graduirane pipete, 10 ml;
- 5) vodno kopel.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) žveplovo kislino ($\rho_{20} = 1,820 - 1,825$ g/ml)
- 2) amilalkohol ($\rho_{20} = 0,811$ g/ml) z vreliščem 128 °C do 130 °C (preverjen s slepim preskusom).

Postopek določanja maščobe

Pripravljeni vzorec smetane, ki smo ga v vodni kopeli segreli na 30 °C do 40 °C (da smo izločili zrak), ohladimo na 20 °C. V butirometer odmerimo s pipeto 10 ml žveplove kisline in dodamo 5 ml smetane. Pipeto, s katero smo odmerili smetano, izperemo s 5 ml vode tako, da skozi njo spuščamo vodo iz druge pipete. Pri tem pipeto, s katero smo odmerili smetano, stalno obračamo, da bi jo dobro izprali. Nato dodamo v butirometer 1 ml amilalkohola in naprej ravnamo kot pri določanju maščobe v mleku (točka 2.2.3).

Na butirometru za smetano je ničlišče na zgornjem delu skale, zato mora biti pri odčitavanju rezultatov najnižja točka meniskusa na ničlišču. Rezultat pomeni vrednost mejne plasti maščobe in druge vsebine v butirometru.

Na istem vzorcu za analizo moramo maščobo določiti najmanj dvakrat.

2.6.2 Določanje kislinske stopnje smetane

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) erlenmajerico, 100 ml;
- 2) pipeto, 20 ml (2 pipeti);
- 3) bireto.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) 2 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu (g/vol);
- 2) raztopino natrijevega hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l.

Postopek določanja kislinske stopnje

V erlenmajerico odmerimo s pipeto 20 ml smetane in razredčimo z 20 ml vode. Dodamo 2 ml 2 %-ne raztopine fenolftaleina in titriramo z decimolsko raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane rožnate barve, ki mora biti obstojna 30 sekund.

Izračun

$$\text{Kislinska stopnja smetane} = a \cdot F \cdot 2$$

kjer je:

a – število mililitrov decimolske raztopine NaOH, porabljenih za nevtralizacijo 20 ml smetane;

F – faktor raztopine NaOH s koncentracijo c (NaOH) = 0,1 mol/l.

Na istem vzorcu za analizo moramo kislinsko stopnjo določiti najmanj dvakrat.

2.7 Fizikalno-kemijske analize sira

Priprava vzorca

Vzorci mehkih sirov homogeniziramo v terilnici. Trde sire naribamo na ribežnu ali zmeljemo v mesoreznici, poprej pa jim odstranimo skorjo ali zaščitni premaz.

S homogeniziranim vzorcem mehkega sira oziroma naribanim ali zmletim vzorcem trdega sira takoj do vrha napolnimo tenko stekleno posodo s širokim vratom in zamašimo z zamaškom iz brušenega stekla.

2.7.1 Določanje vode v siru po metodi sušenja

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) aluminijasto posodo (s premerom 6 cm do 7 cm in visoko 3 cm), s stekleno palčko in pokrovom, ki se zlahka snema;
- 3) vodno kopel;
- 4) laboratorijski sušilnik;
- 5) eksikator s sušilnim sredstvom;
- 6) pesek, ki smo ga najprej izprali s 5 %-no klorovodikovo kislino, nato pa z vodo, dokler nismo odstranili ostankov klorovodikove kisline, potem pa izžarili.

Postopek sušenja

V poprej posušeno, ohlajeno in stehtano aluminijasto posodo z izžarjenim peskom in stekleno palčko z natančnostjo 0,001 g odtehtamo 2 g do 3 g pripravljenega vzorca sira. Nato posodo z vzorcem postavimo v sušilnik in sušimo 1 do 2 uri pri temperaturi $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Potem posodo z vzorcem ohladimo in stehtamo. Sušenje ponavljamo, dokler razlika med dvema zaporednima tehtanjema ni manj kot 1 mg.

Če vzorca poprej ne segrevamo v vodni kopeli, ga moramo med sušenjem v sušilnici vsaj 3 do 5-krat (vsakih 5 minut) vzeti iz sušilnice in premešati s stekleno palčko. Nato postopek sušenja nadaljujemo na opisani način.

Na istem vzorcu za analizo moramo vodo določiti najmanj dvakrat.

Izračun

$$\text{Odstotek vode v siru} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

kjer je:

- a – razlika med maso aluminijaste posode z vzorcem pred sušenjem in po njem v g;
- c – odtehtana količina vzorca v g.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik na istem vzorcu po isti metodi v enakih pogojih in v istem laboratoriju, ne sme biti večja od 0,1 % vode.

2.7.2 Določanje maščobe v siru z butirometrom za sir**Aparatura in pribor**

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) butirometer za sir;
- 2) pipeto 10 ml in pipeto 1 ml (kot za mleko);
- 3) analitsko tehtnico;
- 4) vodno kopel.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) žveplovo kislino ($\rho_{20} = 1,53$);
- 2) amilalkohol ($\rho_{20} = 0,811\text{ g/ml}$) z vreliščem od $128\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ (preverjen pred uporabo s slepim preskusom). Amilalkohol ne sme izločiti nobene plasti tekočine, ki bi bila podobna maščobi.

Postopek določanja maščobe

V kozarec, ki je pritrjen na zamašek butirometra, odtehtamo točno 3 g pripravljenega in dobro premešanega vzorca sira in ga stresemo v butirometer. Z zgornje strani butirometra dodamo 10 ml žveplove kisline, ki smo jo poprej odmerili s pipeto. Butirometer segrevamo v vodni kopeli pri $65\text{ }^{\circ}\text{C}$, občasno ga moramo pretresti, da se beljakovine sira popolnoma razkrojijo. Butirometra pri tem ne smemo obračati, ker bi sicer delci sira dospeli v njegov zoženi del.

Nivo vode v vodni kopeli mora biti nad nivojem plasti maščobe v butirometru. Ko se beljakovine raztopijo, vlijemo v butirometer 1 ml amilalkohola in ga ponovno nekajkrat pretresemo. Nato skozi zgornjo odprtino butirometra dodamo toliko žveplove kisline, kolikor je potrebno, da zgornji meniskus doseže, na skali, številko 35. Butirometer pretresemo in centrifugiramo 10 minut s 1000 do 1200 vrtljaji v minuti. Butirometer še dvakrat segrevamo v vodni kopeli in centrifugiramo, nato pa odčitamo odstotek maščobe.

Na istem vzorcu za analizo moramo maščobo določiti najmanj dvakrat.

2.7.3 Določanje kislinske stopnje sira

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) porcelansko terilnico s pestilom;
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) bireto.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 2) 2 %-no raztopino fenolftaleina v etanolu (g/vol).

Postopek določanja kislinske stopnje

Od pripravljenega vzorca sira z natančnostjo $\pm 0,0001 \text{ g}$ odtehtamo 5 g vzorca za analizo. Odtehtano količino vzorca za analizo stresemo v terilnico in mešamo s pestilom, dokler ga ne homogeniziramo. Nato večkrat dodamo po malo destilirane vode s temperaturo 50°C , da vsebino razmažemo. Z dodano destilirano vodo, ki je smemo dodati skupaj 100 ml, zmes vzorca sira in vode kvantitativno prenesemo v erlenmajerico. Dodamo 1 ml 2 %-nega fenolftaleina in vsebino titriramo z decimolsko raztopino NaOH, dokler ne postane rožnate barve, ki mora biti obstojna 2 minuti.

Izračun

$$\text{Kislinska stopnja sira} = a \cdot F \cdot 8$$

kjer je:

a – število mililitrov decimolske raztopine NaOH, porabljene za titracijo;

F – faktor raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Na istem vzorcu za analizo moramo kislinsko stopnjo določiti najmanj dvakrat.

2.8 Fizikalno-kemijske analize kajmaka

2.8.1 Določanje vode v kajmaku

Vodo v kajmaku določamo po metodi za določanje vode v siru (točka 2.4.1).

2.8.2 Določanje maščobe v kajmaku

Maščobo v kajmaku določamo po metodi za določanje maščobe v smetani (točka 2.6.1).

2.8.3 Določanje natrijevega klorida v kajmaku - metoda po Wolhardu

Princip

Ta metoda temelji na principu sprostitev natrijevega klorida iz kajmaka, ko se organske snovi kajmaka razkrojijo z dušikovo kislino in kalijevim permanganatom. Koncentracijo ionov klora določimo s titracijo z amonijevim rodanidom, ki veže prebitek srebrovega nitrata po njegovi reakciji z ioni klora iz kajmaka.

Količino natrijevega klorida v kajmaku izražamo v odstotkih mase.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) erlenmajerico, 300 ml;
- 3) pipete, 5 ml, 10 ml in 25 ml;
- 4) merilna valja, 25 ml in 100 ml;
- 5) bireto.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) koncentrirano dušikovo kislino;
- 2) 7,5 %-no raztopino kalijevega permanganata (g/vol);
- 3) nasičeno raztopino železo (III) amonijevega sulfata;
- 4) raztopino amonijevega rodanida c (NH_4SCN) = 0,1 mol/l;
- 5) raztopino srebrovega nitrata c (AgNO_3) = 0,1 mol/l.

Postopek določanja natrijevega klorida

V erlenmajerico 300 ml z natančnostjo $\pm 0,001$ g odtehtamo 2 g pripravljenega vzorca kajmaka. Dodamo 25 ml decimolne raztopine srebrovega nitrata in 25 ml koncentrirane dušikove kisline. Vsebino segrevamo, dokler ne zavre, nato dodamo 10 ml kalijevega permanganata in pustimo, da zmerno vre. Če zmes izgubi barvo, dodamo toliko raztopine kalijevega permanganata, da postane tekočina rjava (potrebujemo od 5 ml do 10 ml). Nato dodamo malo oksalne kisline ali glukoze (da zmes izgubi barvo), 100 ml destilirane vode in 5 ml raztopine železo (III) amonijevega sulfata. Vsebino dobro premešamo in takoj titriramo z decimolsko raztopino amonijevega rodanida, dokler ne postane rdeče-rjave barve, ki je obstojna 30 sekund.

Izračun

$$\text{Odstotek natrijevega klorida v kajmaku} = \frac{0,585 \cdot (V_1 - V_2)}{V}$$

kjer je:

V_1 – dodana količina srebrovega nitrata v ml;

V_2 – število mililitrov raztopine amonijevega rodanida, porabljene za titracijo;

V – masa vzorca kajmaka v g.

Na istem vzorcu za analizo moramo odstotek natrijevega klorida določiti najmanj dvakrat.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik na istem vzorcu po isti metodi v enakih pogojih in v istem laboratoriju, ne sme biti večja od $\pm 0,06$ %.

2.8.4 Določanje kislinske stopnje kajmaka

Kislinsko stopnjo kajmaka določamo po metodi za določanje kislinske stopnje sira (točka 2.7.3).

2.9 Fizikalno-kemijske analize surovega masla

Priprava vzorca

Za analizo potrebujemo najmanj 100 g surovega masla ali eno izvorno pakiranje.

Pred analizo postavimo posodo z laboratorijskim vzorcem v vodno kopel s temperaturo približno 28 °C (ne več kot 39 °C), da se surovo maslo stopi, nato pa vsebino hladimo ob stalnem mešanju s stekleno palčko, dokler se ne strdi. Od strnjene mase vzorca surovega masla odtehtamo količino vzorca za analizo.

2.9.1 Določanje vode v surovem maslu

A. Metoda s sušenjem

Princip in uporaba

Ta metoda temelji na principu tehtanja izgube mase surovega masla pred sušenjem in po njem v določenih pogojih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) analitsko tehtnico;
- 2) laboratorijski sušilnik;
- 3) eksikator s sušilnim sredstvom (silikagel);
- 4) kovinsko posodo (s premerom 6 cm do 8 cm in visoko 2 cm) z 2,8 mm do 3,4 mm velikimi zrni plovca.

Postopek sušenja

V kovinsko posodo stresemo 12 g do 15 g plovca in sušimo do konstantne mase pri 102 °C ± 2 °C. Nato posodo s plovcem ohladimo v eksikatorju in stehtamo. V stehtano in posušeno posodo s plovcem damo 5 g do 10 g vzorca za analizo, stehtanega z natančnostjo ± 0,001 g. Posodo z vzorcem postavimo v sušilnik in sušimo 2 uri pri 102 °C ± 2 °C, nato jo vzamemo ven, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Izmenično sušimo po pol ure, hladimo in tehtamo, dokler razlika med rezultatoma dveh zaporednih tehtanj ni manjša od 0,5 mg.

Izračun

$$\text{Odstotek vode v surovem maslu} = \frac{b}{a} \cdot 100$$

kjer je:

- a – razlika med maso posode z vzorcem surovega masla pred sušenjem in po njem;
- b – odtehtana količina vzorca.

Na istem vzorcu za analizo moramo odstotek vode določiti najmanj dvakrat.

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki ju je hkrati ali neposredno drugo za drugim opravil isti analitik na istem vzorcu po isti metodi v enakih pogojih in v istem laboratoriju, ne sme biti večja od 0,1 % relativne vrednosti.

*B. Določanje vode v surovem maslu z metodo izparevanja***Princip in uporaba**

Ta metoda temelji na principu izparevanja vode pri zvišani temperaturi in merjenja razlike med maso surovega masla pred izparevanjem in po njem.

Vodo v surovem maslu določamo z metodo izparevanja na specialni tehtnici s skalo, na kateri neposredno odčitamo odstotek vode.

Vodo v surovem maslu lahko določimo z metodo izparevanja tudi s tehtanjem na analitski tehtnici.

Postopek določanja vode v surovem maslu s tehtanjem na specialni tehtnici ali na analitski tehtnici**Aparatura in pribor**

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) specialno tehtnico za neposredno določanje odstotka vode s skodelico ali analitsko tehtnico;
- 2) toplotni vir (gorilnik ali kuhalnik).

Postopek določanja vode z izparevanjem

V poprej stehtano aluminijsko skodelico specialne tehtnice odtehtamo 10 g pripravljenega vzorca surovega masla. Posodo z vzorcem počasi segrevamo in pri tem stalno mešamo, da se vsebina speni, ne sme pa se pregreti ali prežgati. Izparevanje vode prekinemo, ko pena izgine in ko občutimo vonj topljenega surovega masla oziroma ko postane usedlina rumeno-rjava. Posodo ohladimo, postavimo na tehtnico in neposredno odčitamo odstotek vode. Pri uporabi analitske tehtnice ravnamo tako, da damo v suh in stehtan 250 ml kozarec 10 g pripravljenega vzorca surovega masla in ga segrevamo na opisani način. Nato ohlajeno posodo z vzorcem stehtamo na analitski tehtnici in izračunamo odstotek vode.

Izračun

$$\text{Odstotek vode v surovem maslu} = \frac{a - b}{c} \cdot 100$$

kjer je:

- a – masa posode z vzorcem pred izparevanjem;
- b – masa posode z vzorcem po izparevanju;
- c – masa vzorca surovega masla za analizo.

Na istem vzorcu za analizo moramo odstotek vode določiti najmanj dvakrat.

2.9.2 Določanje maščobe v surovem maslu

Maščoba v surovem maslu se določa z metodo po Gerberju.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) specialni butirometer za surovo maslo;
- 2) analitsko tehtnico;
- 3) vodno kopel;
- 4) Gerberjevo centrifugo;
- 5) pipeti, 1 ml in 20 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednja reagenta:

- 1) žveplovo kislino ($\rho_{20} = 1,50$);
- 2) amilalkohol ($\rho_{20} = 0,881$ g/ml) z vreliščem od 128 °C do 130 °C (ki smo ga pred uporabo preverili s slepim preskusom).

Postopek določanja maščobe

V kozarec butirometra, ki je pritrjen na gumeni zamašek, z natančnostjo 0,001 g odtehtamo 5 g pripravljenega vzorca surovega masla. Butirometer s spodnje strani zamašimo z zamaškom, skozi zgornjo (ožjo) odprtino pa odmerimo s pipeto 20 ml žveplove kisline in 1 ml amilalkohola in jo zamašimo. Vsebino dobro premešamo, da bi se beljakovine raztopile. Nivo tekočine v butirometru mora doseči razdelek na skali, označen s številko 70. Če ga ne doseže, dolijemo do omenjene oznake žveplovo kislino. Butirometer postavimo v toplo kopel in pustimo 5 minut pri temperaturi 65 °C. Maščoba se medtem izloči na površino. Da bi se maščoba popolnoma izločila, moramo butirometer še 5 minut centrifugirati. Zatem ga ponovno postavimo za 5 minut v vodno kopel, nato pa na njegovi skali takoj odčitamo odstotek maščobe.

Na istem vzorcu za analizo moramo maščobo določiti najmanj dvakrat.

2.10 Fizikalno-kemijske analize kefirja**Priprava vzorca**

Vzorec kefirja pripravimo tako, kot je opisano za pripravo vzorca kislega mleka in jogurta.

2.10.1 Določanje maščobe v kefirju

Maščobo v kefirju določamo po metodi, ki je s tem pravilnikom predpisana za določanje maščobe v kislem mleku in jogurtu (točka 2.3.1).

2.10.2 Določanje kislinske stopnje kefirja

Kislinsko stopnjo kefirja določamo po metodi, ki je s tem pravilnikom predpisana za določanje kislinske stopnje kislega mleka in jogurta (točka 2.3.2).

2.10.3 Določanje suhe snovi v kefirju

Suho snov v kefirju določamo po metodi, ki je s tem pravilnikom predpisana za določanje suhe snovi v kislem mleku in jogurtu (točka 2.3.3).

2.10.4 Določanje proste ogljikove kisline (CO₂) v kefirju

Princip

Metoda temelji na principu nevtralizacije proste ogljikove kisline z raztopino natrijevega hidroksida ob prisotnosti fenolftaleina.

Prosto ogljikovo kislino v kefirju določamo s titriranjem z decimolsko raztopino NaOH in dodajanjem fenolftaleina do pH 8,4.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še aparaturo in pribor, ki sta navedena pri metodi za določanje kislinske stopnje kislega mleka in jogurta.

Reagenti

Poleg reagentov, ki so predpisani za določanje kislinske stopnje kislega mleka in jogurta, uporabljamo še 10 %-no raztopino NaOH (g/vol).

Postopek določanja

V erlenmajerico odmerimo s pipeto 10 ml pripravljenega vzorca kefirja, pipeto, ki smo jo uporabili, pa izperemo s curkom 20 ml destilirane vode iz druge pipete. Dodamo 1 ml 2 %-ne raztopine fenolftaleina in titriramo z decimolsko raztopino natrijevega hidroksida, dokler ne postane rožnate barve, ki mora biti obstojna 30 sekund. Količino proste ogljikove kisline izrazimo v mg/l.

Izračun

$$\text{Količina ogljikove kisline v mg/l} = \frac{V_1 \cdot F \cdot 2,2}{V_2}$$

kjer je:

V_1 – število mililitrov decimolske raztopine NaOH, porabljene za titracijo;

F – faktor raztopine NaOH s koncentracijo $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

2,2 – mg ekvivalent CO₂, kar pomeni, da 1 ml 0,1 molske raztopine NaOH ustreza 2,2 mg CO₂;

V_2 – količina vzorca za analizo v ml.

2.10.5 Določanje mlečne kisline v kefirju

Mlečno kislino v kefirju določamo po metodi za določanje kislinske stopnje kislega mleka in jogurta (točka 2.3.2).

Izračun

$$\text{Količina mlečne kisline v odstotkih} = V \cdot a \cdot 10 \cdot F$$

kjer je:

V – število mililitrov porabljenega natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

a – faktor za preračunavanje na mlečno kislino (0,009);

F – faktor raztopine NaOH s koncentracijo $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

2.10.6 Določanje alkohola v kefirju

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aparaturo za destilacijo;
- 2) merilno bučko, 100 ml;
- 3) piknometar;
- 4) analitsko tehtnico.

Reagenti

Uporabljamo raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Postopek določanja alkohola

V steklenico za destilacijo s prostornino od 300 ml do 400 ml odtehtamo 100 g kefirja in dodamo toliko raztopine natrijevega hidroksida, kolikor je potrebno, da postane reakcija njene vsebine izrazito alkalna. Natrijev hidroksid nevtralizira proste hlapne kisline, s čimer preprečimo, da pri destilaciji predestilirajo in spremenijo relativno prostorninsko maso destilata. Steklenico spojimo s povratnim hladilnikom in destiliramo. Ko se polovica vsebine predestilira v merilno bučko (100 ml), destilat ohladimo na 15°C in merilno bučko dopolnimo z vodo do oznake. Nato določimo s piknometrom relativno prostorninsko maso razredčenega destilata (pri 15°C). Po vrednosti relativne prostorninske mase določimo količino alkohola iz tabele 6.

2.11 Fizikalno-kemijske analize sladoleda

Priprava vzorca

Za analizo potrebujemo najmanj 50 g vzorca sladoleda ali izvirno pakiranje najmanj iste mase.

Vzorec sladoleda stopimo v posodi, ki jo postavimo v vodno kopel s približno 45°C . Stopljeni vzorec sladoleda dobro premešamo in takoj odmerimo količino vzorca, ki jo potrebujemo za analizo.

2.11.1 Določanje maščobe v sladoledu

Maščobo v sladoledu določamo po metodi, ki je s tem pravilnikom predpisana za določanje maščobe v smetani (točka 2.6.1).

2.11.2 Določanje suhe snovi v sladoledu

Princip

Suho snov v sladoledu določamo s sušenjem vzorca v določenih pogojih, dokler masa ni konstantna.

Rezultat pomeni suho snov v sladoledu in ga izražamo v odstotkih.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) aluminijasto posodo s premerom 6 cm in visoko 3 cm, s pokrovom in stekleno palčko;
- 2) vodno kopel;
- 3) laboratorijski sušilnik;
- 4) eksikator;
- 5) izžarjeni pesek.

Postopek sušenja

V aluminijasto posodo odtehtamo približno 25 g peska, nato pa jo skupaj s palčko in snetim pokrovom sušimo 2 uri v sušilniku pri temperaturi od 98 °C do 100 °C. Po sušenju posodo ohladimo v eksikatorju in stehtamo.

V posušeno in stehtano posodo damo 1,5 g pripravljenega vzorca sladoleda, ki smo ga stehtali z natančnostjo 0,001 g. Dodamo 5 ml destilirane vode in vsebino premešamo s stekleno palčko. Nato posodo z vzorcem skupaj s snetim pokrovom in palčko sušimo 1,5 ure pri temperaturi od 98 °C do 100 °C. Posodo potem hitro pokrijemo, ohladimo v eksikatorju, stehtamo in ponovno sušimo 1 uro v enakih pogojih. Izmenično sušimo in tehtamo, dokler razlika med rezultatom dveh zaporednih tehtanj ni manjša od 0,5 mg ali dokler se masa ne začne povečevati.

Izračun

$$\text{Odstotek suhe snovi} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

kjer je:

a – odtehtana masa vzorca v gramih;

b – masa stehtane količine vzorca po sušenju.

Na istem vzorcu za analizo moramo odstotek suhe snovi določiti najmanj dvakrat.

2.11.3 Določanje saharaže v sladoledu

Saharozo v sladoledu določamo po metodi za določanje saharaže v zgoščenem mleku (točka 2.4.3).

2.12 Fizikalno-kemijske analize stepene smetane**Priprava vzorca**

Za analizo vzamemo izvirno pakiranje ali 100 g stepene smetane. Vzorec moramo pred analizo z žlico dobro premešati.

2.12.1 Določanje maščobe v stepeni smetani

Maščobo v stepeni smetani določamo po metodi, ki je s tem pravilnikom predpisana za določanje maščobe v smetani (točka 2.6.1).

2.12.2 Določanje saharoze v stepeni smetani

Saharozo v stepeni smetani določamo po metodi, ki je s tem pravilnikom predpisana za določanje saharoze v zgoščenem mleku (točka 2.4.3).

Tabela 5. Tabela za izračun invertnega sladkorja, laktoze in saharoze

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
8,9	10	4,6	4,4	5,1
9,8	11	5,1	4,3	5,8
10,7	12	5,6	5,3	6,4
11,5	13	6,0	5,7	7,1
12,4	14	6,4	6,1	7,7
13,3	15	6,9	6,6	8,4
14,2	16	7,3	6,9	9,0
15,1	17	7,8	7,4	9,7
16,0	18	8,3	7,9	10,3
16,9	19	8,7	8,3	11,0
17,8	20	9,2	8,7	11,6
18,6	21	9,6	9,1	12,3
19,5	22	10,0	9,5	12,9
20,4	23	10,5	10,0	13,6
21,3	24	11,0	10,5	14,2
22,2	25	11,4	10,9	14,8
23,1	26	11,9	11,3	15,5
24,0	27	12,4	11,8	16,2
24,9	28	12,8	12,2	16,8
25,8	29	13,3	12,5	17,5
26,6	30	13,7	13,0	18,1
27,5	31	14,2	13,5	18,7
28,4	32	14,7	13,9	19,4
29,3	33	15,1	14,3	20,0
30,2	34	15,6	14,8	20,7
31,1	35	16,1	15,3	21,3
32,0	36	16,5	15,7	22,0
32,9	37	17,0	16,1	22,6
33,7	38	17,4	16,5	23,3
34,6	39	17,9	17,0	23,9
35,5	40	18,4	17,5	24,6
36,4	41	18,8	17,9	25,2
37,3	42	19,3	18,3	25,9
38,2	43	19,8	18,8	26,5
39,1	44	20,2	19,2	27,2
40,0	45	20,7	19,7	27,8
40,8	46	21,1	20,0	28,5
41,7	47	21,6	20,5	29,1
42,6	48	22,1	21,0	29,8

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
43,5	49	22,5	21,4	30,4
44,4	50	23,0	21,9	31,1
45,3	51	23,5	22,3	31,7
46,2	52	23,9	22,7	32,4
47,1	53	24,4	23,2	33,0
48,0	54	24,9	23,6	33,7
48,8	55	25,3	24,0	34,3
49,7	56	25,8	24,5	34,9
50,6	57	26,2	24,9	35,6
51,5	58	26,7	25,3	36,2
52,4	59	27,2	25,7	36,9
53,3	60	27,6	26,1	37,5
54,2	61	28,1	26,6	38,2
55,1	62	28,6	27,0	38,8
55,9	63	29,0	27,4	39,4
56,8	64	29,5	27,9	40,1
57,7	65	30,0	28,4	40,8
58,6	66	30,4	28,8	41,4
59,5	67	30,9	29,3	42,0
60,4	68	31,4	29,7	42,7
61,3	69	31,8	30,1	43,3
62,2	70	32,3	30,5	44,0
63,0	71	32,7	31,0	44,6
63,9	72	33,1	31,4	45,3
64,8	73	33,6	31,8	45,9
65,7	74	34,1	32,3	46,6
66,6	75	34,5	32,7	47,2
67,5	76	35,0	33,1	47,9
68,4	77	35,5	33,6	48,5
69,3	78	35,9	34,0	49,2
70,2	79	36,4	34,5	49,8
71,0	80	36,8	34,9	50,4
71,9	81	37,3	35,3	51,1
72,8	82	37,8	35,8	51,8
73,7	83	38,2	36,2	52,4
74,6	84	38,7	36,7	53,1
75,5	85	39,2	37,2	53,7
76,4	86	39,7	37,6	54,4
77,3	87	40,2	38,1	55,0
78,1	88	40,6	38,5	55,7
79,0	89	41,1	38,9	56,3
79,9	90	41,6	39,4	57,0
80,9	91	42,0	39,8	57,6
81,7	92	42,5	40,3	58,2
82,6	93	43,0	40,8	58,9
83,5	94	43,5	41,2	59,5

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
84,4	95	43,9	41,6	60,2
85,2	96	44,4	42,1	60,8
86,1	97	44,8	42,5	61,4
87,0	98	45,3	42,9	62,1
87,5	99	45,8	43,4	62,8
88,8	100	46,3	43,9	63,4
89,7	101	46,7	44,3	64,0
90,6	102	47,2	44,7	64,6
91,5	103	47,6	45,1	65,3
92,3	104	48,0	45,6	66,0
93,2	105	48,5	46,0	66,6
94,1	106	49,0	46,5	67,2
95,0	107	49,5	46,9	67,9
95,9	108	49,9	47,3	68,8
96,8	109	50,4	47,8	69,2
97,7	110	50,9	48,3	69,9
98,6	111	51,4	48,7	70,5
99,4	112	51,8	49,1	71,2
100,3	113	52,3	49,6	71,9
101,2	114	52,8	50,1	72,5
102,1	115	53,2	50,4	73,2
103,0	116	53,7	50,9	73,8
103,9	117	54,2	51,2	74,5
104,8	118	54,7	51,9	75,1
105,7	119	55,2	52,3	75,8
106,6	120	55,7	52,8	76,5
107,4	121	56,1	53,2	77,1
108,3	122	56,5	53,6	77,7
109,2	123	57,0	54,1	78,4
110,1	124	57,5	54,5	79,1
111,0	125	58,0	55,0	79,8
111,9	126	58,5	55,5	80,4
112,8	127	59,0	55,9	81,0
113,7	128	59,4	56,3	81,7
114,5	129	59,9	56,8	82,3
115,4	130	60,3	57,2	83,0
116,3	131	60,8	57,7	83,7
117,2	132	61,3	58,1	84,4
118,1	133	61,8	58,6	85,0
119,0	134	62,3	59,1	85,6
119,9	135	62,7	59,5	86,3
120,8	136	63,2	59,9	87,0
121,6	137	63,7	60,4	87,7
122,5	138	64,1	60,8	88,3
123,4	139	64,6	61,3	89,0
124,3	140	65,1	61,7	89,6

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
125,2	141	65,6	62,2	90,3
126,1	142	66,0	62,6	91,0
127,0	143	66,5	63,1	91,6
127,9	144	67,0	63,6	92,2
128,8	145	67,5	64,0	92,9
129,6	146	67,9	64,4	93,6
130,5	147	68,4	64,9	94,3
161,4	148	68,9	65,4	94,9
132,3	149	69,3	65,8	95,6
133,2	150	69,8	66,2	96,2
134,1	151	70,3	66,7	96,9
135,0	152	70,8	67,2	97,6
135,9	153	71,2	67,5	98,2
136,8	154	71,7	68,0	98,8
137,6	155	72,2	68,5	99,5
138,5	156	72,7	69,0	100,2
139,4	157	73,2	69,4	100,8
140,3	158	73,6	69,8	101,5
141,2	159	74,1	70,3	102,2
142,1	160	74,6	70,8	102,8
143,0	161	75,1	71,2	103,5
143,9	162	75,5	71,6	104,2
144,7	163	76,0	72,1	104,9
145,6	164	76,5	72,6	105,6
146,5	165	76,9	73,0	106,2
147,4	166	77,4	73,5	106,9
148,3	167	77,9	73,9	107,6
149,2	168	78,4	74,4	108,2
150,1	169	78,9	74,9	108,9
151,0	170	79,4	75,3	109,6
151,8	171	79,9	75,8	110,2
152,7	172	80,4	76,3	110,9
153,6	173	80,9	76,8	111,6
154,5	174	81,4	77,2	112,3
155,4	175	81,9	77,7	113,0
156,3	176	82,4	78,2	113,6
157,2	177	82,8	78,6	114,3
158,1	178	83,3	79,0	115,0
159,0	179	83,8	79,5	115,6
159,8	180	84,3	80,0	116,3
160,7	181	84,7	80,4	117,0
161,6	182	85,2	80,8	117,6
162,5	183	85,7	81,3	118,3
163,4	184	86,2	81,8	119,0
164,3	185	86,6	82,2	119,7
165,2	186	87,1	82,6	120,3

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
166,1	187	87,6	83,1	121,0
166,9	188	88,5	83,6	121,7
167,8	189	88,1	84,0	122,4
168,7	190	89,0	84,5	123,0
169,6	191	89,5	84,9	123,7
170,5	192	90,0	85,4	124,3
171,4	193	90,4	85,8	125,0
172,3	194	90,9	86,3	125,6
173,2	195	91,4	86,7	126,3
174,0	196	91,9	87,2	127,0
174,9	197	92,3	87,6	127,7
175,8	198	92,8	88,1	128,4
176,7	199	93,3	88,5	129,1
177,6	200	93,8	89,0	129,7
178,5	201	94,2	89,4	130,4
180,3	203	95,2	90,3	131,8
181,3	204	95,7	90,8	132,4
182,0	205	96,2	91,3	133,1
182,9	206	96,6	91,7	133,8
183,6	207	97,1	92,1	134,5
184,7	208	97,6	92,6	135,2
185,6	209	98,1	93,1	135,8
186,5	210	98,6	93,6	136,5
187,4	211	99,1	94,0	137,2
188,3	212	99,6	94,5	137,9
189,1	213	100,1	95,0	138,6
190,0	214	100,6	95,5	139,3
190,9	215	101,1	96,0	140,0
191,8	216	101,6	96,5	140,6
192,7	217	102,1	97,0	141,3
193,6	218	102,6	97,5	142,0
194,5	219	103,1	97,9	142,6
195,4	220	103,6	98,4	143,3
196,2	221	104,1	98,9	144,0
197,2	222	104,6	99,4	144,7
198,0	223	105,1	99,8	145,4
198,9	224	105,6	100,3	146,1
199,8	225	106,1	100,8	146,8
200,7	226	106,6	101,3	147,5
201,6	227	107,1	101,7	148,1
202,5	228	107,6	102,2	148,6
203,4	229	108,1	102,7	149,4
204,2	230	108,6	103,2	150,1
205,1	231	109,1	103,6	150,8
206,0	232	109,6	104,1	151,4
206,9	233	110,1	104,6	152,1

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
207,8	234	110,6	105,1	152,8
208,7	235	111,1	105,5	153,4
209,6	236	111,6	106,0	154,1
210,5	237	112,1	106,5	154,8
211,3	238	112,6	107,0	155,4
212,2	239	113,1	107,5	156,1
213,1	240	113,6	108,0	156,9
214,0	241	114,2	108,5	157,4
214,9	242	114,7	109,0	158,1
215,6	243	115,2	109,4	158,7
216,7	244	115,7	109,9	159,4
217,6	245	116,2	110,4	160,1
218,4	246	116,7	110,9	160,7
219,3	247	117,2	111,3	161,4
220,2	248	117,7	111,8	162,0
221,1	249	118,2	112,3	162,7
222,0	250	118,7	112,8	163,4
222,9	251	119,2	113,2	164,0
223,8	252	119,7	113,7	164,7
224,7	253	120,2	114,2	165,4
225,6	254	120,7	114,7	166,0
226,4	255	121,2	115,1	166,7
227,3	256	121,7	115,6	167,3
228,2	257	122,2	116,1	168,0
229,1	258	122,7	116,6	168,7
230,0	259	123,2	117,0	169,4
230,9	260	123,7	117,5	170,0
231,8	261	124,2	118,0	170,7
232,7	262	124,7	118,5	171,3
233,5	263	125,2	118,9	172,0
234,4	264	125,7	119,4	172,6
235,3	265	126,2	119,9	173,3
236,2	266	126,7	120,4	174,0
237,1	267	127,2	120,9	174,7
238,0	268	127,8	121,4	175,4
238,9	269	128,3	121,9	176,1
239,8	270	128,8	122,4	176,8
240,6	271	129,3	122,8	177,5
241,5	272	129,8	123,3	178,2
242,2	273	130,3	123,8	178,8
243,3	274	130,8	124,3	179,5
244,2	275	131,3	124,7	180,2
245,1	276	131,8	125,2	180,9
246,0	277	132,3	125,7	181,6
246,9	278	132,8	126,2	182,3
247,8	279	133,3	126,7	183,0

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
248,6	280	133,8	127,2	183,6
249,5	281	134,4	127,7	184,3
250,4	282	134,9	128,2	185,0
251,3	283	135,4	128,6	185,7
252,2	284	135,9	129,1	186,4
253,1	285	136,4	129,6	187,1
254,0	286	136,9	130,1	187,8
254,9	287	137,4	130,5	188,5
255,7	288	137,9	131,0	189,1
256,6	289	138,4	131,5	189,8
257,7	290	138,9	132,0	190,5
258,4	291	139,4	132,5	191,2
259,3	292	140,0	133,0	191,9
260,2	293	140,5	133,5	192,6
261,1	294	141,0	134,0	193,3
262,0	295	141,5	134,4	194,0
262,8	296	142,0	134,9	194,7
263,7	297	142,5	135,4	195,4
264,6	298	143,0	135,9	196,0
265,5	299	143,5	136,3	196,7
266,4	300	144,0	136,8	197,4
267,3	301	144,5	137,3	198,1
268,2	302	145,0	137,8	198,8
269,1	303	145,5	138,3	199,5
270,0	304	146,1	138,8	200,2
270,8	305	146,6	139,3	200,9
271,7	306	147,1	139,7	201,6
272,6	307	147,6	140,2	202,3
273,5	308	148,1	140,7	203,0
274,4	309	148,6	141,2	203,7
275,3	310	149,1	141,6	204,4
276,2	311	149,6	142,1	205,2
277,1	312	150,1	142,6	205,9
277,9	313	150,6	143,1	206,6
278,8	314	151,2	143,6	207,3
279,7	315	151,7	144,1	208,0
280,6	316	152,3	144,7	208,7
281,5	317	152,8	145,2	209,5
282,4	318	153,3	145,7	210,2
283,3	319	153,9	146,2	210,9
284,2	320	154,4	146,7	211,6
285,0	321	154,9	147,2	212,3
285,9	322	155,4	147,7	213,0
286,8	323	155,9	148,2	213,7
287,7	324	156,5	148,7	214,4
288,6	325	157,0	149,2	215,2

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
289,5	326	157,5	149,6	215,9
290,4	327	158,0	150,1	216,6
291,3	328	158,6	150,6	217,3
292,2	329	159,1	151,1	218,0
293,0	330	159,6	151,6	218,8
293,9	331	160,1	152,1	219,5
294,8	332	160,7	152,6	220,2
295,7	333	161,2	153,1	220,9
296,6	334	161,8	153,7	221,6
297,5	335	162,3	154,2	222,4
298,4	336	162,8	154,7	223,1
299,3	337	163,4	155,2	223,8
300,1	338	163,9	155,7	224,5
301,0	339	164,4	156,2	225,2
301,9	340	165,0	156,7	225,9
302,8	341	165,5	157,2	226,6
303,7	342	166,0	157,7	227,2
304,6	343	166,5	158,2	227,9
305,5	344	167,0	158,7	228,6
306,4	345	167,5	159,2	229,3
307,2	346	168,0	159,7	230,0
308,1	347	168,6	160,2	230,7
309,0	348	169,1	160,6	231,4
309,9	349	169,6	161,1	232,1
310,8	350	170,1	161,6	232,8
311,7	351	170,6	162,1	233,5
312,6	352	171,2	162,6	234,2
313,3	353	171,7	163,1	234,9
314,4	354	172,3	163,7	235,6
315,2	355	172,8	164,3	236,2
316,1	356	173,3	164,7	237,0
317,0	357	173,9	165,2	237,7
317,9	358	174,4	165,7	238,4
318,8	359	174,9	166,2	239,1
319,7	360	175,4	166,7	239,8
320,6	361	176,0	167,2	240,5
321,5	362	176,5	167,7	241,2
322,5	363	177,0	168,2	241,8
323,2	364	177,5	168,6	242,5
324,1	365	178,0	169,1	243,2
325,0	366	178,6	169,6	243,9
325,9	367	179,1	170,1	244,6
326,8	368	179,6	170,5	245,2
327,7	369	180,2	171,2	245,9
328,6	370	180,7	171,7	246,6
329,4	371	181,2	172,2	247,3

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
330,3	372	181,8	172,7	248,0
331,2	373	182,3	173,2	248,7
332,1	374	182,9	173,8	249,4
333,0	375	183,5	174,3	250,1
333,9	376	184,0	174,8	250,8
334,8	377	184,5	175,3	251,6
335,7	378	185,1	175,8	252,3
336,6	379	185,6	176,3	253,0
337,4	380	186,1	176,8	253,7
338,3	381	186,5	177,3	254,4
339,2	382	187,2	177,8	255,1
340,1	383	187,9	178,4	255,8
341,0	384	188,4	179,0	256,6
341,9	385	188,9	179,5	257,3
342,8	386	189,4	180,0	258,0
343,3	387	190,0	180,5	258,7
344,4	388	190,5	181,0	258,5
345,4	389	191,0	181,5	260,2
346,3	390	191,6	182,0	260,9
347,2	391	192,1	182,5	261,6
348,1	392	192,6	183,0	262,3
349,0	393	193,2	183,5	263,1
349,9	394	193,7	184,0	263,8
350,8	395	194,2	184,5	264,5
351,6	396	194,8	185,0	265,2
352,5	397	195,3	185,5	265,9
353,4	398	195,8	186,0	266,7
354,3	399	196,4	186,6	267,4
355,2	400	196,9	187,1	268,1
356,1	401	197,4	187,6	268,8
357,0	402	198,0	188,1	269,6
357,9	403	198,5	188,6	270,3
358,8	404	199,0	189,1	271,0
359,6	405	199,6	189,6	271,8
360,5	406	200,1	190,1	272,5
361,4	407	200,7	190,6	273,2
362,3	408	201,2	191,1	274,0
363,2	409	201,8	191,7	274,7
364,1	410	202,4	192,3	275,5
365,0	411	203,0	192,9	276,2
365,9	412	203,5	193,4	276,9
366,7	413	204,1	193,9	277,7
367,6	414	204,6	194,4	278,4
368,5	415	205,2	194,9	279,1
369,4	416	205,7	195,4	279,9
370,3	417	206,3	196,0	280,6

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
371,2	418	206,8	196,5	281,4
372,1	419	207,4	197,0	282,2
373,0	420	208,0	197,6	283,0
373,8	421	208,5	198,1	283,7
374,7	422	209,1	198,6	284,5
375,6	423	209,6	199,1	285,2
376,5	424	210,2	199,7	286,0
377,4	425	210,7	200,2	286,8
378,3	426	211,3	200,7	287,6
379,2	427	211,9	201,3	288,3
380,1	428	212,5	201,9	289,1
381,0	429	213,0	202,4	289,9
381,8	430	213,6	202,9	290,7
382,7	431	214,1	203,4	291,4
383,6	432	214,7	203,9	292,2
384,5	433	215,2	204,4	293,0
385,4	434	215,8	205,0	293,8
386,3	435	216,3	205,5	294,5
387,2	436	216,9	206,0	295,3
388,1	437	217,4	206,5	296,0
388,9	438	218,0	207,1	296,8
380,8	439	218,5	207,6	297,6
390,7	440	219,1	208,1	298,4
391,6	441	219,6	208,6	299,2
392,5	442	220,2	209,2	299,9
393,4	443	220,8	209,7	300,7
394,3	444	221,3	210,2	301,4
395,2	445	221,9	210,8	302,2
396,0	446	222,4	211,3	303,0
396,9	447	223,0	211,9	303,7
397,8	448	223,6	212,4	304,5
398,7	449	224,1	212,9	305,2
399,6	450	224,7	213,5	306,0
400,5	451	225,3	214,1	
401,4	452	226,0	214,7	
402,3	453	226,6	215,3	
403,2	454	227,2	215,8	
404,0	455	227,8	216,4	
404,9	456	228,4	217,0	
405,8	457	229,1	217,6	
406,7	458	229,8	218,3	
407,6	459	230,4	218,9	
408,5	460	231,0	219,5	
409,4	461	231,7	220,1	
410,3	462	232,3	220,7	
400,1	463	232,9	221,3	

baker (Cu)	bakrov oksid (Cu ₂ O)	invertni sladkor	saharoza	laktoza
	mg	mg	mg	mg
1	2	3	4	5
412,0	464	233,5	221,8	
412,9	465	234,2	222,5	
413,8	466	234,8	223,1	
141,7	467	235,5	223,7	
415,6	468	236,1	224,3	
416,5	469	236,7	224,9	
417,4	470	237,4	225,5	
418,2	471	238,0	226,1	
419,1	472	238,6	226,7	
420,0	473	239,3	227,3	
420,9	474	239,9	227,9	
421,8	475	240,5	228,5	
422,7	476	241,1	229,0	
423,6	477	241,7	229,6	
424,5	478	242,3	230,2	
425,4	479	242,9	230,8	
426,2	480	243,5	231,3	
427,1	481	244,2	232,0	
428,0	482	244,9	232,7	
428,9	483	245,5	233,2	
429,8	484	246,2	233,9	
430,7	485	246,9	234,6	

Tabela 6. Tabela za izračun količine absolutnega alkohola glede na prostorninsko maso njegovih vodnih raztopin pri 15 °C po Windischu.

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
1,0000	0,00	0,00
0,9999	0,05	0,07
0,9998	0,11	0,13
7	0,16	0,20
6	0,21	0,27
5	0,26	0,33
4	0,32	0,40
3	0,37	0,47
2	0,42	0,53
1	0,47	0,60
0	0,53	0,67
0,9989	0,58	0,73
8	0,64	0,80
7	0,69	0,87
6	0,74	0,93
5	0,80	1,00

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
4	0,85	1,07
3	0,90	1,14
2	0,96	1,20
1	1,01	1,27
0	1,06	1,34
0,9979	1,12	1,41
8	1,17	1,48
7	1,22	1,54
6	1,28	1,61
5	1,33	1,63
4	1,39	1,75
3	1,44	1,82
2	1,50	1,88
1	1,55	1,95
0	1,60	2,02
0,9969	1,66	2,09
8	1,71	2,16
7	1,77	2,23
6	1,82	2,30
5	1,88	2,37
4	1,93	2,44
3	1,99	2,51
2	2,04	2,58
1	2,10	2,65
0	2,16	2,72
0,9959	2,21	2,79
8	2,27	2,86
7	2,32	2,93
6	2,38	3,00
5	2,43	3,07
4	2,49	3,14
3	2,55	3,21
2	2,60	3,23
1	2,66	3,35
0	2,72	3,42
0,9949	2,77	3,49
8	2,82	3,56
7	2,88	3,64
6	2,94	3,73
5	3,00	3,78
4	3,06	3,85
3	3,12	3,93
2	3,17	4,00
1	3,23	4,07
0	3,29	4,14
0,9939	3,35	4,22

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
8	3,40	4,29
7	3,46	4,36
6	3,52	4,43
5	3,58	4,51
4	3,64	4,58
3	3,69	4,65
2	3,75	4,73
1	3,81	4,80
0	3,87	4,88
0,9929	3,93	4,95
8	3,99	5,03
7	4,05	5,10
6	4,11	5,18
5	4,17	5,25
4	4,23	5,33
3	4,29	5,40
2	4,35	5,48
1	4,41	5,55
0	4,47	5,63
0,9919	4,53	5,70
8	4,59	5,73
7	4,65	5,86
6	4,71	5,93
5	4,77	6,01
4	4,83	6,09
3	4,89	6,16
2	4,95	6,24
1	5,01	6,32
0	5,08	6,40
00,9909	5,14	6,47
8	5,20	6,55
7	5,26	6,63
6	5,32	6,71
5	5,38	6,79
4	5,45	6,86
3	5,51	6,94
2	5,57	7,02
1	5,64	7,10
0	5,70	7,18
0,9899	5,76	7,26
8	5,83	7,34
7	5,89	7,42
6	5,95	7,50
5	6,02	7,58
4	6,08	7,66
3	6,14	7,74

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
2	6,21	7,82
1	6,27	7,90
0	6,34	7,99
0,9889	6,40	8,07
8	6,47	8,15
7	6,53	8,23
6	6,59	8,31
5	6,66	8,40
4	6,73	8,48
3	6,79	8,58
2	6,86	8,64
1	6,93	8,73
0	6,99	8,81
0,9879	7,06	8,89
8	7,12	8,98
7	7,19	9,06
6	7,26	9,15
5	7,33	9,23
4	7,39	9,32
3	7,46	9,40
2	7,53	9,48
1	7,60	9,57
0	7,66	9,66
0,9869	7,73	9,74
8	7,80	9,83
7	7,87	9,91
6	7,94	10,00
5	8,00	10,09
4	8,07	10,17
3	8,14	10,26
2	8,21	10,35
1	8,28	10,43
0	8,35	10,52
0,9859	8,42	10,61
8	8,49	10,70
7	8,56	10,79
6	8,63	10,88
5	8,70	10,96
4	8,77	11,05
3	8,84	11,14
2	8,91	11,23
1	8,98	11,32
0	9,06	11,41
0,9849	9,13	11,50
8	9,20	11,59
7	9,27	11,68

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
6	9,34	11,77
5	9,42	11,86
4	9,49	11,95
3	9,56	12,05
2	9,63	12,14
1	9,70	12,23
0	9,73	12,32
0,9839	9,85	12,41
8	9,92	12,50
7	9,98	12,59
6	10,07	12,69
5	10,16	12,78
4	10,22	12,88
3	10,29	12,97
2	10,36	13,06
1	10,44	13,16
0	10,52	13,25
0,9829	10,59	13,34
8	10,66	13,44
7	10,74	13,53
6	10,81	13,63
5	10,89	13,72
4	11,96	13,82
3	11,04	13,91
2	11,12	14,01
1	11,19	14,10
0	11,27	14,20
0,9819	11,34	14,29
8	11,42	14,39
7	11,49	14,48
6	11,57	14,58
5	11,65	14,68
4	11,72	14,77
3	11,80	14,87
2	11,88	14,97
1	11,96	15,07
0	12,03	15,16
0,9809	12,11	15,26
8	12,19	15,36
7	12,27	15,46
6	12,34	15,55
5	12,42	15,65
4	12,50	15,75
3	12,58	15,85
2	12,65	15,95
1	12,73	16,04

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
0	12,81	16,14
0,9799	12,80	16,24
8	12,97	16,34
7	13,05	16,44
6	13,13	16,54
5	13,20	16,64
4	13,28	16,74
3	13,38	16,84
2	13,44	16,94
1	13,52	17,04
0	13,60	17,14
0,9789	13,68	17,24
8	13,76	17,34
7	13,84	17,44
6	13,92	17,54
5	14,00	17,64
4	14,08	17,74
3	14,15	17,84
2	14,23	17,94
1	14,31	18,04
0	14,39	18,14
0,9779	14,47	18,24
8	14,55	18,34
7	14,63	18,44
6	14,71	18,54
5	14,79	18,64
4	14,87	18,74
3	14,95	18,84
2	15,03	18,94
1	15,11	19,04
0	15,19	19,14
0,9769	15,27	19,24
8	15,35	19,34
7	15,43	19,44
6	15,51	19,55
5	15,59	19,65
4	15,67	19,75
3	15,75	19,85
2	15,83	19,95
1	15,91	20,05
0	15,99	20,15
0,9759	16,07	20,25
8	16,15	20,35
7	16,23	20,45
6	16,31	20,55
5	16,39	20,65

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
4	16,47	20,75
3	16,55	20,86
2	16,63	20,96
1	16,71	21,06
0	16,79	21,16
0,9749	16,87	21,26
8	16,95	21,36
7	17,03	21,46
6	17,11	21,56
5	17,19	21,66
4	17,27	21,76
3	17,35	21,86
2	17,42	21,96
1	17,50	22,06
0	17,58	22,16
0,9739	17,66	22,26
8	17,74	22,35
7	17,82	22,45
6	17,90	22,55
5	17,98	22,65
4	18,05	22,75
3	18,13	22,85
2	18,21	22,95
1	18,29	23,05
0	18,37	23,14
0,9729	18,45	23,24
8	18,52	23,34
7	18,60	23,44
6	18,68	23,54
5	18,76	23,63
4	18,84	23,73
3	18,91	23,83
2	18,99	23,93
1	19,07	24,02
0	19,14	24,12
0,9719	19,22	24,22
8	19,30	24,32
7	19,37	24,41
6	19,45	24,51
5	19,53	24,60
4	19,60	24,70
3	19,68	24,80
2	19,76	24,89
1	19,83	24,99
0	19,91	25,08
0,9709	19,98	25,18

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
8	20,06	25,27
7	20,13	25,27
6	20,21	25,47
5	20,28	25,56
4	20,35	25,66
3	20,43	25,75
2	20,51	25,84
1	20,58	25,94
0	20,66	26,03
0,9699	20,73	26,13
8	20,81	26,22
7	20,88	26,31
6	20,96	26,41
5	21,03	26,50
4	21,10	26,59
3	21,18	26,69
2	21,25	26,78
1	21,32	26,87
0	21,40	26,96
0,9689	21,47	27,05
8	21,54	27,14
7	21,61	27,24
6	21,69	27,33
5	21,76	27,42
4	21,83	27,51
3	21,90	27,60
2	21,98	27,69
1	22,05	27,78
0	22,12	27,87
0,9679	22,19	27,96
8	22,26	28,05
7	22,33	28,14
6	22,40	28,23
5	22,47	28,32
4	22,54	28,41
3	22,61	28,50
2	22,68	28,59
1	22,75	28,67
0	22,82	28,76
0,9669	22,89	28,85
8	22,96	28,94
7	23,03	29,03
6	23,10	29,11
5	23,17	29,20
4	23,24	29,29
3	23,28	29,38

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
2	23,38	29,46
1	23,45	29,55
0	23,52	29,64
0,9659	23,59	29,72
8	23,65	29,81
7	23,72	29,89
6	23,79	29,98
5	23,86	30,06
4	23,93	30,15
3	23,99	30,23
2	24,06	30,32
1	24,13	30,40
0	24,19	30,49
0,9649	24,26	30,57
8	24,33	30,66
7	24,39	30,74
6	24,46	30,82
5	24,53	30,91
4	24,59	30,99
3	24,66	31,07
2	24,73	31,16
1	24,79	31,24
0	24,85	31,32
0,9639	24,92	31,41
8	24,99	31,49
7	25,05	31,57
6	25,12	31,65
5	25,18	31,73
4	25,25	31,81
3	25,31	31,89
2	25,37	31,98
1	25,44	32,06
0	25,50	32,14
0,9629	25,56	32,22
8	25,63	32,30
7	25,69	32,38
6	25,76	32,46
5	25,82	32,54
4	25,88	32,62
3	25,95	32,70
2	26,01	32,78
1	26,07	32,85
0	26,13	32,93
0,9619	26,20	33,01
8	26,26	33,09
7	26,32	33,17

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
6	26,38	33,25
5	26,45	33,33
4	26,51	33,40
3	26,57	33,48
2	26,63	33,56
1	26,69	33,64
0	26,75	33,71
0,9609	26,82	33,79
8	26,88	33,87
7	26,94	33,94
6	27,00	34,02
5	27,06	34,10
4	27,12	34,17
3	27,18	34,25
2	27,24	34,33
1	27,30	34,40
0	27,36	34,47
0,9590	27,95	34,22
80	28,53	35,95
70	29,10	36,67
60	29,66	37,37
50	30,21	38,06
40	30,74	38,74
30	31,27	40,40
20	31,79	40,06
10	32,30	40,70
00	32,80	41,33
0,9490	33,30	41,94
80	33,78	42,57
70	34,26	43,17
60	34,71	43,77
50	35,20	44,35
40	35,66	44,93
30	36,11	45,50
20	36,56	46,07
10	37,00	46,67
00	37,44	47,18
0,9390	37,87	47,72
80	38,30	48,26
70	38,72	48,80
60	39,14	49,33
50	39,56	49,85
40	39,97	50,37
30	40,38	50,88
20	40,77	51,39
10	41,18	51,89

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
00	41,58	52,39
0,9290	41,97	52,89
80	42,37	53,39
70	42,76	53,68
60	43,14	54,36
50	43,52	54,84
40	43,90	55,32
30	44,28	55,80
20	44,65	56,27
10	45,03	56,74
00	45,40	57,21
0,9190	45,76	57,67
80	46,13	58,13
70	46,49	58,59
60	46,86	59,05
50	47,22	59,50
40	47,57	59,95
30	47,93	60,40
20	48,28	60,84
10	48,64	61,49
00	48,99	61,73
0,9090	49,33	62,17
80	49,68	62,51
70	50,03	63,04
60	50,37	63,47
50	50,71	63,91
40	51,06	64,34
30	51,39	64,76
20	51,73	65,19
10	52,07	65,61
00	52,40	66,03
0,8990	52,74	66,49
80	53,07	66,87
70	53,40	67,20
60	53,73	67,70
50	54,05	68,12
40	54,38	68,53
30	54,71	68,94
20	55,03	69,34
10	55,35	69,79
00	55,67	70,16
0,8890	55,99	70,56
80	56,31	71,96
70	56,63	71,35
60	56,94	72,76
50	57,26	72,15

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
40	57,57	72,55
30	57,88	73,04
20	58,19	73,33
10	58,50	74,72
00	58,81	74,11
0,8790	59,12	74,49
80	59,42	75,88
70	59,73	76,26
60	60,03	76,64
50	60,33	75,02
40	60,63	75,40
30	60,93	76,78
20	61,23	77,15
10	61,52	77,53
00	61,62	77,90
0,8690	62,11	78,27
80	62,40	78,64
70	62,69	79,00
60	62,98	79,37
50	63,27	79,73
40	63,56	80,09
30	63,85	80,45
20	64,13	80,81
10	64,41	81,17
00	64,69	81,52
0,8590	64,97	81,87
80	65,25	82,23
70	65,53	82,57
60	65,83	82,96
50	66,08	83,27
40	66,36	83,61
30	66,63	83,96
20	66,98	84,30
10	67,16	84,64
00	67,43	84,97
0,8490	67,70	85,31
80	67,96	85,64
70	68,23	85,97
60	68,49	86,30
50	68,75	86,63
40	69,00	86,95
30	69,26	87,27
20	69,52	87,60
10	69,77	87,92
00	70,02	88,23
0,8390	70,27	88,55

Prostorninska masa destilata	Masa alkohola g/100 cm ³	Prostorninski % alkohola
1	2	3
80	70,52	88,86
70	70,77	89,18
60	71,01	89,48
50	71,26	89,79
40	71,50	90,09
30	71,74	90,40
20	71,97	90,70
10	72,21	90,99
00	72,44	91,29
0,8290	72,67	91,58
80	72,90	91,87
70	73,13	92,15
60	73,36	92,44
50	73,58	92,40
40	73,80	93,00
30	74,02	93,28
20	74,24	93,55
10	74,45	93,82
00	74,66	94,09
0,8190	74,87	94,35
80	75,08	94,61
70	75,29	94,87
60	75,49	95,13
50	75,69	95,38
40	75,89	95,63
30	76,09	95,88
20	76,29	96,13
10	76,48	96,37
00	76,67	96,61
0,8090	76,86	96,85
80	77,04	97,08
70	77,20	97,31
60	77,40	97,54
50	77,58	97,76
40	77,76	97,99
30	77,93	98,20
20	78,10	98,42
10	78,27	98,63
00	78,44	98,84
0,7990	78,61	99,05
80	78,77	99,26
70	78,93	99,46
60	79,08	99,66
50	79,24	99,86
0,7842	79,36	100,00

FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE MESNIH IZDELKOV, MASTI IN OLJA

1. FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE MESNIH IZDELKOV, MASTI IN OLJA

1.1 Mesni izdelki

1.1.1 Določanje vode

Pribor

Aluminijaste ali steklene merilne posode s premerom 5 cm in višino 2,5 do 3 cm, s pokrovko.

Postopek

Posode s pokrovko sušimo pred uporabo najmanj eno uro pri 105 °C v eksikatorju, ohladimo in stehtamo ($\pm 0,0001$ g). Vanje hitro damo 3 do 5 g ($\pm 0,001$ g) premešanega zdrobljenega vzorca, ki ga s stekleno palčko čim bolj enakomerno razširimo na dnu posode, pokrijemo s pokrovko in tako stehtamo ($\pm 0,0001$ g). Posode damo v sušilnico s poševno postavljenim pokrovom in sušimo pri 105 °C 2 do 3 ure. Ko sušenje končamo, pokrijemo skledice s pokrovko, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Sušenje po 30 minutah ponovimo, dokler ne dosežemo konstantne teže (oziroma dokler se teža pri maščobnih izdelkih ne poveča).

Če je zaradi sestave živil to potrebno (visoka vsebina masti in dr.), lahko sušimo z dodatkom peska.

Pribor

1. posoda (kakor pri prejšnjem postopku) s kratko stekleno palčko, ki je na enem koncu sploščena;
2. s solno kislino opran in izžarjen pesek.

Postopek

Skledico z 20 do 30 g peska in palčko sušimo in stehtamo kakor prej. V posodo damo približno 3 do 5 g ($\pm 0,001$ g) pripravljenega vzorca, zmešamo s peskom in sušimo v sušilnici pri 105 °C do konstantne teže, kot je navedeno pri prejšnjem postopku.

Ko je destilacija končana, titriramo odvečno žvepleno kislino z 0,25 n-raztopino natrijevega hidroksida. Lahko uporabimo tudi Tashirojev indikator.

1.1.2 Določanje celotnih beljakovin

A. Makro-postopek

Pribor

1. Plinski gorilnik ali električni kuhalnik;
2. Kjeldahlova priprava za destilacijo;
3. Kjeldahlova buča, 500 ml;
4. Erlenmeyerjeva buča, 250 ml;

5. Pergamentni papir (brez dušika) ali celofan;
6. Bireta, 50 ml, 2 (dve);
7. Graduirane pipete, 25, 30 in 50 ml;
8. Steklene kroglice.

Reagenti

1. Koncentrirana žveplena kislina ($d = 1,84$);
2. Kristalni bakrov sulfat;
3. Kalijev sulfat;
4. 33 %-na raztopina natrijevega hidroksida;
5. 1 %-na etanolna raztopina fenolftaleina ali lakmusov papir;
6. 0,25 n-žveplena kislina;
7. 0,25 n-raztopina natrijevega hidroksida;
8. 0,1 %-na etanolna raztopina metilnega rdečila ali Tashirojev indikator (glej pri polmikro postopku);
9. Parafin;
10. Parafinsko olje ali oktilalkohol.

Vse kemikalije morajo biti brez dušika, kar ugotovimo s slepim poskusom. Eventualno porabo kisline za amoniak z uporabljenimi kemikalijami, ki normalno ni večja od 0,1 do 0,2 ml 0,25 n-žveplene kisline, vzamemo kot korekturo pri izračunu dušika v vzorcu.

Postopek

Če je vzorec popolnoma homogen, zadošča 1 do 1,5 g ($\pm 0,001$ g) kar hitro stehtamo na poprej tariranem koščku pergamentnega papirja ali celofana, velikosti 6 x 6 cm. Stehtani vzorec zavijemo v pergamentni papir ali celofan in damo v Kjeldahlovo bučo, dodamo 1 g bakrovega sulfata, 10 g kalijevega sulfata, 30 ml koncentrirane žveplene kisline in 1 do 2 stekleni kroglici ali porcelanasti črepinji. Če se snov močno peni, lahko dodamo nekaj kapljic oktilalkohola ali parafinskega olja. Nato jo segrevamo in večkrat premešamo v digestoriju, najprej na majhnem ognju, ki ga postopoma povečamo, dokler snov popolnoma ne zogleni in ne postane tekoča. Pri večji količini in če je vsebina masti visoka, moramo med sežiganjem, ko večji del kisline izhlapi, le-to še dodati. Vsebina v buči in na njenih stenah ne sme biti suh, ker pride do izgub dušika. Segrevamo ob vretju dokler tekočina ni bistra in svetlo zeleno-modra.

Ko se buča ohladi, previdno dodamo 300 ml destilirane vode, 2 kapljici raztopine fenolftaleina ali lakmusov papir, ostanek 33 %-ne raztopine natrijevega hidroksida na stenah buče (od uporabljene žveplene kisline) in košček parafina, ki preprečuje penjenje ter takoj spojimo s kondenzatorjem, premešamo in destiliramo. Pred tem pa damo v Erlenmeyerjevo bučo 25 do 50 ml 0,25 n-žveplene kisline in 2 do 3 kapljice raztopine metilnega rdečila.

Ko je destilacija končana, titriramo odvečno žvepleno kislino z 0,25 n-raztopino natrijevega hidroksida. Lahko uporabimo tudi Tashirojev indikator.

B. Polmikro postopek (oziroma kombinacija mikro in polmikro postopka)

Pribor

1. Merilna buča, 100 ml;
2. Pipeta, 10 ml (dve);
3. Graduirana pipeta, 10 ml;
4. Erlenmeyerjeva buča, 100 ml;
5. Parnas-Wagnerjeva ali podobna mikro - aparatura;

6. Mikro bireta, 10 ml, po možnosti avtomatična s steklenico;
7. Steklene kroglice.

Reagenti

1. Koncentrirana žveplena kislina ($d = 1,84$);
2. Kristalni bakrov sulfat;
3. Kalijev sulfat;
4. 30 %-na raztopina natrijevega hidroksida ($d = 1,33$);
5. 1 %-na etanolna raztopina fenolftaleina;
6. Tashirojev indikator: 4 deli 0,1 %-ne etanolne raztopine metilnega rdečila in 1 del 0,1 %-ne etanolne raztopine metilenskega modrila premešamo in hranimo največ 3 mesece v temni steklenici. Sprememba barve iz zelene v vijoličasto oziroma modro je zelo lahko vidna;
7. 0,02 n-raztopine žveplene ali solne kisline pripravimo tako, da razredčimo 0,1 n-raztopine s sveže prekuhano in ohlajeno destilirano vodo,
8. Nasičena raztopina borne kisline (približno 3,5 %-na raztopina).

Postopek

Ko je vzorec sežgan tako, kot je opisano v makro postopku, prenesemo vso raztopino v merilno bučo, ki drži 100 ml. Kjeldahlovo bučo nekajkrat izperemo z destilirano vodo (brez dušika), ki smo jo prav tako dodali v merilno bučo, napolnimo skoraj do označbe in premešamo. Ko se ohladi na sobno temperaturo, jo napolnimo do označbe in premešamo. Za destilacijo vzamemo alikvotni del (po velikosti odmerjene količine in pričakovani vsebini dušika). Na primer: 10 ml prenesemo z lijem nad bučo za destilacijo v Parnas-Wagnerjevo aparaturu za destilacijo. Lij izperemo trikrat z 2 do 3 ml vode, dodamo nato eno kapljico raztopine fenolftaleina in 10 ml 30 %-ne raztopine natrijevega hidroksida, s ščipalko zapremo gumijasto cev pod lijem in odpremo prehod vodni pari. V Erlenmeyerjevo bučo, ki je sedaj predložek, odmerimo 10 ml nasičene raztopine borne - kisline. Predložek postavimo na steklo tako, da je destilacijska cev aparature potopljena v kislino, nato skozi kondenzator spustimo vodo in bučo segrevamo, da nastane vodna para. Destiliramo 5 minut, nato predložek spustimo, destilacijo pa nadaljujemo še 2 do 3 minute. Cev izperemo z malo vode, vzamemo bučo s stojala in tako titriramo raztopino amonijevega borata iz mikrobirete z 0,02 n-raztopino žveplene ali solne kisline, dokler se barva ne spremeni. Ko je destilacija končana, prenehamo z gretjem. Ko se aparatura ohladi, izpraznimo destilacijsko bučo v recipient, ker nastane vakuum, tako da je spet pripravljena za drugo analizo. Pri uporabi druge aparature postopamo na ustrezen način.

Račun

1 ml 0,25 n-kisline ustreza 3,50 mg dušika

1 ml 0,02 n-kisline ustreza 0,28 mg dušika

Vsebina (surovin) beljakovin = $N \times 6,25$ oziroma drug ustrezen faktor za specialne primere. Faktorje za obračunavanje je potrebno obvezno navesti.

1.1.3 Določanje čistih beljakovin

Pribor

1. Čaša, 200 ml;
2. Graduiran valj 25 ml (dva);
3. Lij, Ø približno 8 cm;
4. Pipeti, 25 ml (dve);
5. Drug pribor kakor za normalno določanje dušika po Kjeldahlu.

Reagenti

1. Raztopina bakrovega sulfata: 60 g kristalnega bakrovega sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 1 litru vode;
2. Raztopina natrijevega hidroksida: 12,5 g natrijevega hidroksida raztopimo v 1 l vode;
3. 10 %-na raztopina kalijevega ferocianida;
4. 10 %-na raztopina barijevega klorida;
5. Vsi drugi reagenti, ki so navedeni pri določanju dušika po Kjeldahlu.

Postopek

Približno 50 g ($\pm 0,1$ g) mesa ali izdelkov posušimo toliko, da jih je mogoče zdrobiti (da gredo skozi sito z 1 mm odprtinami). Tako posušeno snov stehtamo, da bi mogli dobljene rezultate preračunati na originalni vzorec; 1 do 2 g ($\pm 0,001$ g) posušene snovi prekuhamo v čaši s 30 ml vode in pustimo še 10 minut v vodni kopeli. Nato dodamo 25 ml raztopine bakrovega sulfata in z mešanjem 25 ml raztopine natrijevega hidroksida. Pri tem nastaja zelenkasta usedlina bazičnih beljakovinskih soli. Pustimo da se usedlina sesede, nato tekočino nad njo previdno odlijemo. Usedlino pa nekajkrat dekantiramo z vodo in končno prenesemo na filtrirni papir. Usedlino na filtru izpiramo z vročo vodo, dokler filtrat ne reagira negativno na baker s kalijevim ferocianidom ali na žvepleno kislino z barijevim kloridom. Filtrirni papir mora biti brez dušika, kar ugotovimo s slepim poskusom. Popolnoma izpran filtrirni papir z usedlino prenesemo v Kjeldahlovo bučo, dodamo 25 ml koncentrirane žveplene kisline in postopek nadaljujemo po Kjeldahlovi metodi.

Račun

Pri izračunu vsebine čistih beljakovin v originalnem vzorcu moramo upoštevati izgubo teže pri predhodnem sušenju. Vsebino dušika oziroma beljakovin izračunamo tako, kot je navedeno za določanje celotnih beljakovin.

1.1.4 Določanje masti*A. Po Weibullu in Stoldtu***Pribor**

1. Soxhletova priprava, 150 do 200 ml;
2. Čaša, 200 ml;
3. Lij, Ø 12 do 15 cm;
4. Urno steklo, Ø približno 10 cm (2 kosa);
5. Graduiri valj, 100 ml (dva);
6. Steklена palčka;
7. Filtrirni papir Ø 27 cm.

Reagenti

1. Koncentrirana solna kislina ($d = 1,19$);
2. Petrol eter z vreliščem od 50 do 70 °C;

Postopek

V čašo, ki drži 200 ml odmerimo 5 do 10 g ($\pm 0,01$ g) vzorca (oziroma toliko, da vsebina masti v odmerjenem vzorcu ni večja kot 2 g) in segrevamo 15 minut s 100 ml vode in 60 ml koncentrirane solne kisline v vreli vodni kopeli in od časa do časa premešamo. Medtem ko mešamo s stekleno palčko, ga segrejemo na azbestni mreži, da zavre, pokrijemo z urnim steklom in pustimo da počasi vre, dokler se beljakovine popolnoma ne razkrojijo, za kar je

potrebno približno pol ure. Z vročo vodo, s katero smo izprali urno steklo, razredčimo še vročo tekočino in jo filtriramo skozi nagubam vlažni filtrirni papir Ø 27 cm. Ostanke na filtru pazljivo izperemo z vročo vodo, s katero smo predhodno izprali čašo v kateri se je kuhala, dokler filtrat ne reagira več na klorove ione. Po končani filtraciji, ko se je voda dobro odcedila poberemo filtrat skupaj z mastjo in ga damo na urno steklo, na katero smo prej položili dvojno plast filtrirnega papirja in sušimo 2 do 4 ure pri 105 °C. Nato damo filtrat skupaj s podložnim filtrirnim papirjem naravnost v ekstraktor Soxhletove priprave. Urno steklo izperemo s petrol etrom, ki ga vlijemo v Soxhletovo pripravo. Ekstraktor priprave nato spojimo s kondenzatorjem in bučo, ki smo jo predhodno 1 uro sušili s steklenimi kroglicami pri 105 °C in jo stehali. Iz zgornjega dela kondenzatorja vlijemo z malim lijem v pripravo toliko petroletra, da se ekstraktor napolni in čez lonček prelije v bučo. Nato nalijemo petrol eter še do polovice lončka. Velikost buče in ekstraktorja mora biti v takšnem razmerju, da celotna količina topila ne zavzame prostornine, večje od 3/4 prostornine buče. Nato spustimo skozi kondenzator precej močan curek vode, da se para petroletra popolnoma kondenzira, ker pride sicer do velikih izgub. Če se to zgodi in za cirkulacijo ne ostane dovolj petroletra, ga moramo še dodati.

Segrevanje reguliramo tako, da kondenzirane kapljice petroletra padajo tako hitro, da jih komaj štejemo, vendar pa ne teče v nepretrganem curku. Ekstrahiramo 2 do 3 ure. Ko je ekstrakcija končana, predestiliramo petroleter v vodni kopeli, bučko nato 1 uro sušimo pri 105 °C, kar po navadi zadošča, da dobimo konstantno težo: to kontroliramo s ponovnim sušenjem čez pol ure. Sušenje lahko pospešimo, če bučo sušimo v vodoravni legi in če iz nje z gumijasto pihalko spravimo pare petroletra. Po hlajenju v eksikatorju bučo stehamo in izračunamo odstotek masti.

B. Po Grossfeldu

Pribor

1. Erlenmeyerjeve buče po 50, 100 in 250 ml;
2. Graduirani valj, 25 ml;
3. Lij za odvajanje, 200 ml;
4. Pipeta, 25 in 100 ml;
5. Lij Ø 5 cm;
6. Povratni kondenzator, kroglasti ali spiralni;
7. Preluknjano urno steklo;
8. Staniol.

Reagenti

1. Trikloretilen (lahko je tudi tehnični). V vodni kopeli mora popolnoma izhlapeti in biti značilnega vonja, ki ne zaudarja po razkroju.
2. Koncentrirana solna kislina ($d = 1,19$) ali razredčena žveplena kislina (1 + 1).

Postopek

Približno 10 g ($\pm 0,01$ g) za analizo pripravljenega vzorca stehamo na tariranem staniolnem listku in s staniolom prenesemo v bučo, ki drži 250 ml. Dodamo 20 ml koncentrirane solne kisline, nato segrevamo na malem ognju in od časa do časa premešamo, dokler se beljakovine popolnoma ne razkrojijo, izločena mast pa plava po površini. Razkroj je končan, ko v tekočini ne plavajo več koščki tkiva. Čez grlo buče lahko poveznemo čašo, lahko pa bučo grejemo s povratnim kondenzatorjem. Sveže meso se lažje razkroji, če namesto solne kisline vzamemo 20 ml zmesi enakih delov vode in koncentrirane žveplene kisline. V tem primeru moramo po razkrajanju dodati 20 ml vode, da bi se gostota nastale tekočine zmanjšala, ker mora biti v nadaljnjem postopku manjša od gostote trikloretilena.

Ko se zmes shladi na sobno temperaturo, ji s pipeto dodamo točno 100 ml trikloretilena. Nato bučo spojimo s povratnim kondenzatorjem. Zmes kuhamo 10 minut in jo pustimo, da se ohladi na sobno temperaturo, ne da bi sneli kondenzator. Zmes nato prelijemo v lij za odvajanje. Ko se plasti ločijo, filtriramo spodnjo (trikloretilensko) plast naravnost skozi filtrirni papir (Ø 6 do 8 cm) v Erlenmeyerjevo bučo, ki drži 100 ml in skozi preluknjano urno steklo, da preprečimo izhlapevanje trikloretilena.

S pipeto odmerimo od bistrega filtrata točno 25 ml v suho in stehtano ($\pm 0,0001$ g) Erlenmeyerjevo bučo, ki drži 50 ml. Namesto da odmerimo s pipeto, lahko odmerimo trikloretilen z merilno bučo, ki drži 25 ml. V tem primeru moramo prazno merilno bučo dva do trikrat izprati s 3 do 5 ml trikloretilena, ki ga prav tako dodamo odmerjeni količini trikloretilena v Erlenmeyerjevi buči. V vodni kopeli se predestilira ali izhlapi do suhega stanja ali z neposrednim gretjem skoraj do suhega. Paziti je treba, da se mast ne prežge, nato pa trikloretilen sušimo v sušilnici pri 105 °C še eno uro. Po hlajenju v eksikatorju ga stehamo.

Račun

Če je bil postopek tak, kot je opisano zgoraj, t.j. ekstrahirano s 100 ml, mast pa izločena iz 25 ml trikloretilenskega ekstrakta, potem je:

$$\text{vsebina masti} = \frac{100}{g} \cdot \frac{91a}{22,75 - a}$$

pri čemer je:

a - stehtan ostanek - 25 ml trikloretilenskega ekstrakta

g - odmerjena količina

0,91 - poprečna specifična teža živalske masti.

Metodo določanja masti je treba navesti posebej.

1.1.5 Določanje natrijevega klorida po Volhardu

Pribor

1. Kohlrauscheva ali merilna buča, 200 ml;
2. čaša, 100 ml;
3. Graduiri pipeti, 5 in 10 ml;
4. Pipeta, 20 ml;
5. Erlenmeyerjeva buča, 200 ml;
6. Erlenmeyerjeva buča, 250 ml z brušenim zamaškom;
7. Bireta, 50 ml (dve);
8. Lij Ø 7 cm.

Reagenti

1. 0,1 n-raztopina srebrovega nitrata: 16,987 g AgNO₃ p.a., v 1000 ml raztopine. Popolnoma suh AgNO₃ dobimo s sušenjem pri 220 °C v petnajstih minutah;
2. 0,1 raztopina kalijevega ali amonijevega rodanida: približno 0,72 g KCNS ali približno 7,61 NH₄CNS v 100 ml raztopine. Točen titer določimo s titriranjem z 0,1 n-AgNO₃ po Volhardu;
3. 10 %-na dušikova kislina;
4. Eter;
5. Nasičena raztopina amonijevega ferisufata (NH₄)₂SO₄ · Fe(SO₄)₃ · 24H₂O;
6. Carrezova raztopina:
 - I. 10 %-na raztopina kalijevega ferocianida: 150 g K₄Fe(CN)₆ · H₂O v 1000 ml,
 - II. 30 %-na raztopina cinkovega sulfata: 300 g ZnSO₄ · 7H₂O v 1000 ml.

Postopek

Približno 10 g ($\pm 0,01$ g) čim bolj zdrobljenega vzorca zmešamo v majhnem kozarčku z malo vode, preneseno v Kohlrauschovo bučo, ki drži 200 ml (buča z razširjenim grlom) ali - če te nimamo - v navadno merilno bučo in dodamo tudi vodo, s katero smo izprali kozarček (vsega približno 100 ml vode). Bučo damo v kipečo vodno kopel in v času 15 minut večkrat premešamo. Ko se buča ohladi se balastne snovi z 10 ml Carrezove raztopine po I in II sesedajo; nato jo dopolnimo do 200 ml in premešamo. Ko se usedlina sesede, jo filtriramo skozi nagubani filtrirni papir. Nekaj prvih ml filtrata odstranimo, 20 ml popolnoma bistrega filtrata (= 1 g vzorca) pa s pipeto nakapljamo v Erlenmeyerjevo bučo, ki drži 250 ml in ima brušen zamašek, dodamo 10 ml 10 %-ne dušikove kisline 25 do 50 ml natančno odmerjene 0,1 n-raztopine srebrovega nitrata (po pričakovani vsebini soli, ki jo mora biti nekaj več) in 5 ml etra. To premešamo in ko se tekočina zbistri, dodamo 5 ml raztopine amonijevega ferisulfata, ostanek srebrovega nitrata pa ponovno titriramo z 0,1 n-raztopine kalijevega ali amonijevega rodanida, dokler se ne pokaže obstojna rdečkasta barva. Po porabljeni količini srebrovega nitrata se izračuna količina natrijevega klorida.

1.1.6 Določanje nitrata**Pribor**

1. Merilna bučka, 200 ml;
2. Graduiran valj, 200 ml;
3. Hehnerjeva ali Nesslerjeva cev, 100 ml (dve);
4. Valj iz nevtralnega stekla, 50 ml (dva);
5. Erlenmeyerjeva buča, 100 in 200 ml;
6. Lij, Ø 5 do 6 cm (dva);
7. Porcelanasta skodelica, Ø 6 do 8 cm;
8. Graduirane pipete, 1, 2, 5, 20 in 25 ml;
9. Pipeti, 10 in 50 ml.

Reagenti

1. 25 %-na raztopina natrijevega karbonata;
2. Sveže pripravljena raztopina brucina: 0,25 g brucina raztopimo v 100 ml koncentrirane žveplene kisline, ki mora biti brez dušikove kisline;
3. 0,01 %-na standardna raztopina kalijevega nitrata: 0,10 g KNO_3 raztopimo v 1000 ml vode;
4. 5 %-na raztopina sublimata (živosrebror (II) klorid);
5. 2 %-na solna kislina;
6. 10 % žveplena kislina;
7. Karbamid (urea).

Postopek

V merilno bučo, ki drži 200 ml, damo 10 g ($\pm 0,01$) pripravljenega vzorca, dodamo 150 ml vode in 6 kapljic 25 %-ne raztopine natrijevega karbonata in premešamo. Nato jo eno uro in pol pustimo in večkrat pretresemo. Potem jo dopolnimo z vodo do 200 ml, spet premešamo in filtriramo. V filtratu določimo približno vsebino nitrata, da bi lahko za končno določanje napravili potrebno razredčenje, ki ne sme vsebovati več kot 1 mg KNO_3 v 10 ml. Enake prostornine npr. 10 ml mesnega ekstrakta in 10 ml 0,01 %-ne raztopine kalijevega nitrata zmešamo v valjih, ki držijo po 50 ml, z dvojno količino raztopine brucina. Če je mesni ekstrakt močnejše obarvan kot raztopine kalijevega nitrata ga moramo razredčiti toliko, da vsebuje manj nitrata kot raztopina za primerjanje.

Nato primešamo 50 ml (eventualno razredčenega) mesnega ekstrakta z isto prostornino zmesi enakih delov 5 %-ne raztopine sublimata in 2 %-ne solne kisline. Filtriramo skozi dvojni kvantitativni filtrirni papir. V porcelanasti skodelici mešamo 10 ml bistrega filtrata z 20 ml raztopine brucina 15 sekund in nato prelijemo v Hehnerjev valj, v katerem je 70 ml vode. Enako storimo z raztopino kalijevega nitrata, ki jo vlijemo v drug Hehnerjev valj. Ko se nehajo pojavljati zračni klobučki, premešamo raztopini v valjih. Iz valja z močnejše obarvano raztopino jo izlijemo toliko, da sta obe raztopini enake barve, kadar jih gledamo od zgoraj. Iz odčitane višine stebra raztopine kalijevega nitrata izračunamo vsebino kalijevega nitrata v mesnem ekstraktu in jo preračunamo na meso.

Če vzorec vsebuje nitrite, jih moramo predhodno razkrojiti (ker prav tako reagirajo z brucinom). Ko se beljakovine sesedejo, kuhamo 15 ml filtrata z 2 ml 10 %-ne žveplene kisline in 0,3 g karbamida dokler ne nehajo izhajati dušikovi oksidi. To ohladimo, dopolnimo do 20 ml, v 10 ml pa določimo nitrate, tako kot je opisano.

1.1.7 Določanje nitrita

Pribor

1. Merilna buča, 100 in 200 ml;
2. Graduirane pipete 1, 5, 10 in 25 ml;
3. Lij Ø 6 do 8 cm;
4. Pipeti 10 in 20 ml;
5. Erlenmeyerjeva buča, 100 ml.

Reagenti

1. Nasičena raztopina boraksa $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$;
2. Carrezova raztopina II: 300 g cinkovega sulfata $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ v 1000 ml vode;
3. Razredčeni amoniak: 1 del 25 %-ne raztopine NH_4 pomešane s 4 deli vode;
4. Približno 0,1 n-solna kislina: 8,6 ml koncentrirane solne kisline v 1000 ml vode;
5. Griessejev reagent
 - I. 0,6 g sulfanilne kisline in 20 ml ledene očetne kisline dopolnimo z vodo do 1000 ml,
 - II. 0,03 g alfa-naftil-amina prekuhamo trikrat z 10 ml vode in filtriramo. Filtrat z dodatkom 20 ml ledene očetne kisline dopolnimo z vodo do 100 ml in ga pustimo v dobro zamašeni temni steklenici v temi.

Reagent pripravljamo neposredno pred uporabo z mešanjem enakih delov I in II.

Postopek

V merilno bučo, ki drži 200 ml, odmerimo 10 g ($\pm 0,01$ g) dobro homogeniziranega vzorca, dodamo 5 ml nasičene boraksove raztopine in približno 150 ml vroče vode, dobro premešamo in segrevamo 15 min v kipeči vodni kopeli. Medtem, ko stresamo, takoj dodamo po kapljicah 1 ml Carrezove raztopine II, dobro ohladimo – mast se mora popolnoma strditi – dopolnimo do oznake z vodo in filtriramo (če je to potrebno, dodamo tekočino večkrat v filter).

S pipeto odmerimo v merilno bučo, ki drži 100 ml, 20 ml bistrega filtrata, dodamo naprej 25 ml razredčenega amoniaka, nato še 10 ml 0,1 n-solne kisline (zaporedja dodatkov se je potrebno brezpogojno držati) in dopolnimo z vodo do 100 ml. V Erlenmeyerjevo bučo, ki drži 100 ml nalijemo s pipeto 10 ml te raztopine, jo pomešamo z 10 ml Griessovega reagenta in pustimo 15 minut v zamašeni buči pri sobni temperaturi. Intenziteto barve rdeče reagenčne raztopine izmerimo s pomočjo fotometra s filtrom S 53 ali s spektrfotometrom pri 530 milimikronih.

Kalibracijska krivulja, izdelana pod temi pogoji je dala s čistim NaNO_2 ekstinkcijske vrednosti, ki so navedene v tabeli 1.

Tabela 1. Kalibracijska krivulja z NaNO_2

(n g NaNO_2) 10 ml končne raztopine	$\frac{E}{d}$
1	0,028
2	0,059
5	0,155
10	0,307
20	0,598
30	0,903
40	1,150
50	1,405

10 ml raztopine vzorca + 10 ml Griessovega reagenta.

Merjenje 15 min potem, ko smo dodali reagent.

Filter: S 53, d = debelina plasti v cm

Med navedenimi vrednostmi je pri odčitavanju opravljena linearna interpolacija.

1.1.8 Dokazovanje kondenziranih fosfatov

Pribor

1. Možnar, Ø 15 cm s tolkalom;
2. Lij, Ø 10 cm;
3. Čaša, 50 ml;
4. Pribor za kromatografijo na papirju;
5. Papir za kromatografiranje S in S 2040 b. gl. ali Whatman št. 1.

Reagenti

1. Topilo: pomešamo 70 ml izopropanola, 20 ml 20 %-ne trikloroacetne kisline, 0,3 ml 25 %-nega amoniaka in 10 ml vode. Ker izopropanol hitro izhlapi je priporočljivo, da reagent pripravimo vsak dan znova.
2. Raztopina za razvijanje I: 15 g kristalnega amonijevega molibdata raztopimo v 100 ml vode in vlijemo v 100 ml dušikove kisline ($d = 1,2$).
3. Raztopina za razvijanje II: 0,05 g benzidina raztopimo ob rahlem segrevanju v 5 ml ledene očetne kisline. Raztopino razredčimo z vodo do 100 ml in nato dodamo 10 ml koncentriranega amoniaka (benzidin deloma kristalizira, raztopina pa je kljub temu uporabna za razvijanje).
4. Trdna trikloroacetna kislina.

Postopek

V možnar naribamo 50 g zdrobljenega vzorca s približno 10 g trdne trikloroacetne kisline in če je to potrebno z malo vode. Dobljeno raztopino filtriramo, bistri filtrat pa uporabimo za naraščajoče kromatografiranje. Postopek traja pri tem načinu dela približno 2 uri. Nato kromatogram posušimo s toplim zrakom in ovlažimo z raztopino za razvijanje I. Nato kromatogram sušimo pri sobni temperaturi, dokler ne občutimo več ostrega vonja po dušikovi kislini. Fosfati se pokažejo kot rumeni madeži, ki se potem, ko jih poškopimo z raztopino za razvijanje II, obarvajo intenzivno modro. Prisotni ortofosfati se pojavijo takoj za razredčilom, medtem ko se razni kondenzirani fosfati zaustavijo v medprostoru.

1.1.9 Določanje škroba (po Grossfeldu)

Pribor

1. Priprava za filtriranje: najprej damo v cevko za filtriranje malo steklene volne in jo pritismo s palčko. Nato z odstranjevanjem damo z vodno sesalko čeznjo plast azbesta. Tako pripravljeno cev pritrdimo s preluknjanim zamaškom na dovolj široko Erlenmeyerjevo bučo tako, da je njen največji del v buči.

Za filtriranje lahko uporabimo tudi cev z zalito porozno stekleno ploščico (»Jena« 1G3);

2. Buča, 100 ml;
3. Merilna buča, 100 ml;
4. Povratni kondenzator;
5. Lij, Ø 6 cm;
6. Urno steklo;
7. Polarimeter.

Reagenti

1. 8 %-na etanolna raztopina kalijevega hidroksida;
2. 96 %-ni etanol;
3. 25 %-na solna kislina;
4. Kremenica.

Postopek

V buči, ki drži 100 ml prelijemo 25 g ($\pm 0,01$ g) čim bolj zdrobljenega vzorca s približno 50 ml 8 %-ne etanolne raztopine kalijevega hidroksida in segrevamo na vodni kopeli s povratnim kondenzatorjem in pogosto premešamo, dokler se vsi delci mesa in masti ne razkrojijo, kar traja včasih tudi nekaj ur. Nato vsebino buče prelijemo v navedeno pripravo za filtriranje in pustimo da prekaplja. Bučo izperemo s 96 %-nim etanolom, ki ga prav tako nalijemo v cev za filtriranje. Neraztopljeni škrob zelo hitro sedimentira, tekočina nad njim pa je temno rumene barve. Cev pokrijemo z urnim steklom, bučo pa damo na vodno kopel, tako da filtrat počasi vre. Pustimo, da tekočina čim bolj prekaplja, na usedlino pa nalijemo čisti etanol. Dodajanje etanola ponavljamo, dokler kapljice niso popolnoma brezbarvne. Ko je etanol popolnoma prekapljal vzamemo cev iz buče in jo damo v merilno bučo, ki drži 100 ml. Škrob prelijemo s 25 %-no solno kislino in premešamo s stekleno palčko. Pri tem se plast filtra (če ni uporabljen filter s porozno ploščico) predre, tako da celotna vsebina cevi preide v bučo. Nato cev še izperemo s solno kislino. V bučo damo za noževno konico kremenice, jo dopolnimo s 25 %-no solno kislino do označbe, premešamo in filtriramo skozi suhi filter. Bister filtrat se v cevi Ø 200 (ali 100 mm) polarimetrira. Po opisanem postopku ustreza vsaka krožna stopinja 0,99 % škroba, če se polarimetrira v cevi, dolgi 200 mm.

Pripomba Pri klobasah, ki vsebujejo kri, pogosto opazimo, da je težko natančno prebrati stopnjo polarizacije, čeprav je raztopina prozorna, kar vsekakor povzročajo razkrojni produkti hemoglobina. Ker pa je stopnja odklona škroba zelo visoka, lahko filtrat razredčimo s solno kislino toliko, da ga je mogoče odčitati in to upoštevamo pri izračunu.

1.1.10 Določanje mleka v prahu - iz vsebine laktoze

Pribor

1. Čaša, 100 ml (dve);
2. Merilna buča, 200 ml (dve);
3. Lij Ø 6 do 7 cm (dva);

4. Erlenmeyerjeva buča, 200 ml (dve);
5. Graduirani valj, 150 do 250 ml;
6. Stekleni filtrirni lonček G4;
7. Pesek;
8. Graduirani pipeti, 1, 5 in 10 ml;
9. Bireta, 50 ml.

Reagenti

1. 10 %-na raztopina kalijevega ferocianida,
2. Raztopina cinkovega sulfata, hladno nasičena,
3. Fehlingova raztopina I in II,
4. 24 %-na žveplena kislina: 1 prostornina žveplene kisline + 4 deli vode,
5. 20 %-na raztopina kalijevega jodida,
6. 0,1 n-raztopina- natrijevega tiosulfata,
7. 1 %-na raztopina škroba.

Postopek

V majhnem kozarčku zmešamo 10 g ($\pm$ 0,01 g) dobro zdrobljenega vzorca s približno 10 g peska in s toliko vode, da nastane redka kaša, ki jo brez izgub prenesemo v merilno bučo, ki drži 200 ml in dopolnimo do označbe z vodo. Bučo 5 minut tresemo, jo nato damo v kipečo vodno kopel, kjer ostane 10 minut od trenutka, ko je voda začela znova vreti.

Med segrevanjem bučo nekajkrat pretresemo, nato jo s curkom vode hitro ohladimo in filtriramo. V drugo merilno bučo, ki drži 200 ml, damo 150 ml filtrata, dodamo 5 ml 10 %-ne raztopine kalijevega ferocianida in 1 ml hladno nasičene raztopine cinkovega sulfata, dopolnimo z vodo do 200 ml in premešamo. Po 15 minutah filtriramo. V filtratu določimo Fehlingovo laktozo in jo preračunamo na originalno snov. Vsebina laktoze ustreza dvojni količini prahu iz posnetega mleka.

1.1.11 Dokazovanje umetnega barvila (v vodi topljiva Späthova barvila)**Pribor**

1. Soxhletova priprava za ekstrakcijo;
2. Čaša ali skledica, 100 do 150 ml;
3. Lij Ø 6 do 3 cm;
4. Nemastna volna (ekstrahirana z etrom).

Reagenti

1. Petrol eter (nizko vrelišče);
2. 5 %-na raztopina natrijevega salicilata;
3. 10 %-na žveplena kislina;
4. Etanol;
5. Eter;
6. Pesek, opran s solno kislino in izžarjen.

Postopek

Malo očiščenega peska zmešamo s 30 do 50 g zdrobljenega vzorca. Sušimo v tulcu za ekstrakcijo v sušilnici 1 do 2 uri pri 100 °C in nato v Soxhletovi pripravi ekstrahiramo s petrol etrom. Iz ekstrahiranega ostanka v tulcu s segrevanjem odstranimo ostali petrol eter, ostanek prenesemo v čašo, ga prelijemo s potrebno količino 5 %-ne raztopine natrijevega salicilata in medtem ko pogosto mešamo s stekleno palčko, segrevamo 1 uro v vodni kopeli. Ekstrakt

filtriramo ko je še topel in ga, če je to potrebno še enkrat na enak način filtriramo z malo natrijevega salicilata in filtriramo v prvi filtrat. Če se filtrat obarva rumeno, pomeni, da v izdelku ni umetnega barvila. Če je filtrat obarvan rdeče, ga moramo okisati z žvepleno kislino, dodati nekaj vlaken nemastne volne in segrevati 1 uro v vodni kopeli. Volno izperemo najprej z vodo, nato pa z etanolom in etrom. Obarvana volna dokazuje navzočnost umetnega barvila. Nujno je, da rdeče obarvani ekstrakt preizkusimo z volno, ker samo obarvanje ekstrakta še ni dokaz, da je bil izdelek umetno obarvan.

Če preiskujemo samo ovoj klobas, predhodno sušenje ni potrebno, temveč ga samo zdrobimo in ekstrahiramo s petrol etrom neposredno. Če je potrebno določiti, katero umetno barvilo je bilo uporabljeno, nadaljujemo s kromatografijo na papirju.

1.2 Masti in olja

1.2.1 Preiskovanje obstojnosti masti

V steklene skledice (visoke 5 do 10 cm) damo vzorce masti po 50 g in jih pustimo v sušilnici pri 98 °C ($\pm 0,1$ °C), dokler peroksidno število masti ne prekorači določeno vrednost. Največkrat pustimo vzorce v sušilnici, dokler peroksidno število masti ni 5. Rast peroksidnega števila spremljamo z določanjem peroksida v določenih časovnih presledkih, najpogosteje vsakih 5 ur. Čas v urah, ki je potreben, da ostane mast v sušilnici pri 98 °C, da se doseže vrednost peroksidnega števila, ki je potrebna, jemljemo kot stabilnost masti.

Posebno je treba biti pozoren, da je skledica, v katero dajemo mast, čista, ker se tako izognemo vsaki morebitni pospešitvi ali počasnejši oksidaciji masti zaradi navzočnosti drugih snovi, ki lahko vplivajo na rezultat, tudi če so samo njihovi sledovi.

Posebno priporočljiva je uporaba te metode pri stabilizaciji masti, kjer se z določanjem obstojnosti pred in po dodajanju antioksidanta lahko preizkusi njegova antioksidacijska moč.

1.2.2 Določanje vode in hlapnih sestavin

A. Metoda določanja vode in hlapnih sestavin v sušilnici pri 100 do 105 °C

Pribor

1. Merilna posoda iz stekla ali aluminija, z $\varnothing$ 40 do 50 mm in visoka 20 do 30 mm;
2. Eksikator;
3. Sušilnica (električna, s termoregulatorjem).

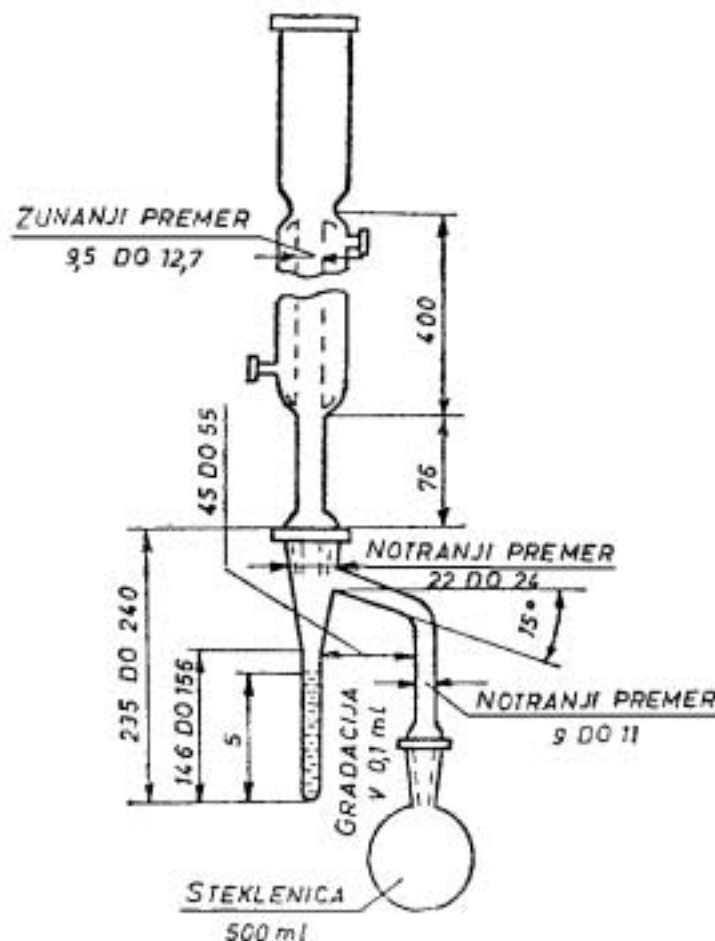
Postopek

Merilno posodo najprej sušimo 30 minut v sušilnici pri temperaturi od 100 do 105 °C, nato pa jo ohladimo v eksikatorju in natančno stehtamo.

V to posodo odmerimo 3 do 5 dobro premešanega vzorca vzorca olja in masti in sušimo pri temperaturi od 100 do 105 °C 30 minut, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. Sušenja ponavljamo, le da naslednja sušenja vzorcev trajajo po 15 minut vse dokler razlike med dvema zaporednima tehtanjema niso manjše od 0,005 g. Če se po enem od zadnjih tehtanj teža poveča, vzamemo za obračun najmanjšo težo.

*B. Določanje vsebine vode z destilacijo in organskim topilom***Pribor**

1. Priprava za določanje vode z destilacijo z organskim sredstvom, prikazana na sliki 1, se sestoji iz steklenice, ki se segreva, s povratnim kondenzatorjem, ki je z nastavkom spojen s steklenico; spoji med nastavkom in kondenzatorjem oziroma kondenzatorjem in steklenico so enaki (lahko jih zamenjamo med seboj) in brušeni. V nastavku se izbira in meri kondenzirana voda, po njem se tudi topilo vrne v steklenico. Nastavek je sestavljen iz graduirane cevi in iz upognjene cevi, s katero je spojen s steklenico. Graduirana cev ima prostornino 5 ml. Označbe celih ml morajo biti numerirane s črto okrog cele cevi, polovica ml do dveh tretjin obsega, 0,1 ml pa do polovice cevi. Razlika od označene prostornine ne sme biti večja kot 0,05 ml. Stekljeni kondenzator je na spodnjem delu odrezan pod kotom 30° na vertikalno os, ko po je spojen z nastavkom je razmak med vrhom in višino tekočine na nastavku 6 do 7 mm pri destilaciji.
2. Naprava za segrevanje je navadno laboratorijska oljna kopel ali električni namizni kuhalnik z termostatom za reguliranje temperature.
3. Bakrena žica, dovolj dolga, da gre skozi kondenzator, na spodnjem koncu zavita v spiralo. Premer spirale mora biti tak, da pride v graduirano cev in se lahko premika navzgor in navzdol.



Slika 1. Priprava za določanje vode z destilacijo (mere so v mm)

Topila

Ksilol ali toluol, nasičen z vodo najmanj osem dni pred uporabo in zavarovan z vodo do trenutka uporabe. Pri uporabi topila je potrebno paziti, da je vsa voda odstranjena in da ne pride v pripravo za destiliranje.

Postopek

Notranjost priprave očistimo s kromovo žvepleno kislino, dobro izperemo z vodo in pred uporabo posušimo. Količino vzorca za preskus jemljemo glede na količino pričakovane vsebine vode:

Pričakovana vsebina vode	Količina vzorca (približno)
manj kot 1 %	200 g
1 do 5 %	100 g
več kot 5 %	ustrezna manjša količina

Stehtan vzorec za preskušanje prenesemo v steklenico za destilacijo in dodamo toliko ml topila, kolikor gramov je težak vzorec, če pa smo imeli manj kot 100 g vzorca, pa dodamo 100 ml topila. Vsebino s stresanjem premešamo, nato vržemo vanjo nekaj steklenih kroglic, da bi bilo vrenje bolj enakomerno. Pripravo sestavimo, graduirano cev pa napolnimo skozi kondenzator s topilom, dokler se ne začne prelivati v steklenico za destilacijo. Na vrh kondenzatorja narahlo položimo kosom vate, da preprečimo kondenzacijo atmosferske vlage v cevi. Steklenico segrevamo toliko, da predestilira približno 100 kapljic kondenzata v minuti. Ko je večji del vode predestiliran, povečamo hitrost destiliranja na približno 200 kapljic v minuti in nadaljujemo, dokler se voda ne zbira več v graduirani cevi. Med destiliranjem pazljivo speremo kapljice vode s sten kondenzatorja s 5 ml topila. Preostalo vodo v graduirani cevi lahko ločimo od ksilola ali toluola s previdnim premikanjem spiralne bakrene žice skozi kondenzator v graduirano cev. Destiliramo, dokler se voda, ki se je zbrala v graduirani cevi v teku 30 minut, ne poveča več. Kondenzator izperemo s topilom in pri tem uporabljamo spiralno žico, da izločimo vodne kapljice. Graduirano cev potopimo v vodo s približno 20 °C za najmanj 15 minut, oziroma dokler se plast ksilola ali toluola ne zbistri, nato pa odčitamo prostornino izločene vode.

Račun

Vsebino vode x izračunamo po formuli:

$$x = \frac{100 \cdot a}{b} \%$$

kjer je:

a – prostornina vode v graduirani cevi v ml,

b – teža vzorca, vzetega za določanje vode.

C. Določanje vode po temperaturi motnosti (samo za svinjsko mast)

V epruveti previdno stopimo približno 10 g masti. Vanjo damo toplomer. Mast segrejemo do 50-52 °C in jo, če je popolnoma bistra s stresanjem ohladimo na 40 °C. Če ostane tudi pri tej temperaturi popolnoma bistra, vsebuje manj kot 0,15 % vode, če pa se skali, je vsebina med 0,15 in 0,20 %. Če je mast na 52 °C vidno motna in se ne zbistri niti pri 95 °C, je vsebina vode večja kot 0,45 %. V tem primeru določimo količino vode gravimetrično.

Če je mast pri 95 °C bistra, jo s tresenjem postopoma hladimo dokler se ne skali. Po temperaturi, na kateri se je mast skalila, odčitamo vsebino vode po tabeli 2.

Tabela 2. Vsebina vode v masti glede na temperaturo skalitve le-te

Temperatura motnosti (°C)	40,5	53,0	64,5	75,2	85,8	90,8	93,5
Vsebina vode %	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40	0,45

1.2.3 Določanje nečistoče (nemastnih sestavin)

Pribor

Lonček za filtriranje s poroznim dnom (npr. "Jena" 3G4), izpran s kislino, vodo in ustreznim topilom, osušen 100 do 105 °C, ohlajen in stehtan.

Reagenti

Sveže predestiliran trikloretilen ali petrol-eter, ki je v vodni kopeli izhlapel brez ostanka.

Postopek

V 100 ml topila raztopimo 5 do 10 g olja ali masti ($\pm 0,01$ g) in nekajkrat dobro premešamo v steklenici ustrezne prostornine. Ko se stopi, filtriramo skozi lonček za filtriranje. Steklenico in lonček za filtriranje z usedlino izpiramo s topilom, dokler popolnoma ne odstranimo preostalega olja ali masti (dokler nekaj kapljic filtrata na filtrirnem papirju po izhlapevanju ne pušča več mastnega madeža). Takrat lonček za filtriranje z usedlino sušimo pri 105 °C do konstantne teže (približno 30 minut), shladimo in stehtamo. Razlika med dvema določitvama ne sme biti večja kot 0,05 %.

Račun

Vsebino v topilu netopnih sestavin (x) izračunamo po formuli:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 100}{c} \%$$

kjer je:

a – teža lončka za filtriranje z usedlino v gramih,

b – teža praznega lončka v gramih,

c – stehtano olje ali mast v gramih.

1.2.4 Določanje saponifikacijskega števila

Pribor

1. Erlenmeyerjeva buča, 150 in 200 ml;
2. Zračni kondenzator (steklena cev dolga 1 m);
3. Bireta, 50 ml, z gradacijo 0,1 ml;
4. Merilna posodica.

Reagenti

1. 0,5 n-raztopina kalijevega hidroksida v etanolu, pripravljena tako: 30 g kalijevega hidroksida p.a. raztopimo v 50 do 60 ml destilirane vode in dolijemo 96 vol%-ni etanol do 1000 ml; pustimo ga čez noč, nato bistro raztopino odlijemo od usedline in vlijemo v steklenico iz temnega stekla z gumijastim zamaškom;
2. 0,5 n-raztopina solne kisline;
3. 1 %-na raztopina fenolftaleina v etanolu.

Opomba: Če da vzorec olja ali masti pri titriranju obarvane milne raztopine, lahko namesto raztopine fenolftaleina uporabimo kot indikator 2,5 %-no etanolno raztopino bazičnega modrila 6B.

Postopek

Če vzorec za preiskus ni tekoč, ga stopimo in prefiltriramo, da bi odstranili nečistoče in sledove vode. Od izmešanega vzorca stehtamo (natančnost $\pm 0,0001$ g) približno 2,0 g olja oziroma masti v Erlenmeyerjevi buči. Nato dodamo s pipeto 25 ml etanolne raztopine kalijevega hidroksida, steklenico spojimo z zračnim kondenzatorjem, postavimo v vodno kopel in kuhamo najmanj eno uro z občasnim tresenjem oziroma dokler saponifikacija ni končana.

Ob enem pod enakimi pogoji in na enak način opravimo slepi preskus, samo brez olja in masti. Ko je saponifikacija končana dodamo še vroči bistri raztopini 0,5 n-raztopino solne kisline, dokler se barva ne spremeni.

Račun

Saponifikacijsko število (x) izračunamo po formuli:

$$x = \frac{(a - b) \cdot 28,055}{c}$$

kjer je:

a – število porabljenih ml 0,5 n-raztopine solne kisline (HCl) za slepi poskus,

b – število za vzorec porabljenih ml 0,5 n-raztopine HCl,

c – teža olja in masti v g.

1.2.5 Določanje prostih maščobnih kislin**Splošna pojasnila**

količino prostih maščobnih kislin v olju ali masti lahko izrazimo kot:

- kislinsko število,
- kislinsko stopnjo ali
- odstotek oleinske kisline.

Opomba: Za kokosovo olje in olje iz palmovih pečk lahko opravimo obračun tudi na lavrinsko kislino, za ricinusovo olje na ricinolno ter za palmovo olje na palmitinsko kislino, kar je potrebno v poročilu posebej navesti.

Kislinsko število pove, koliko mg kalijevega hidroksida je potrebno za nevtralizacijo prostih maščobnih kislin, ki jih vsebuje 100 g olja ali masti.

Odstotek oleinske (lavrinske, ricinolne ali palmitinske) kisline pove v utežnih odstotkih, koliko je v preizkušenem olju ene od teh kislin.

Vse te podatke dobimo po enakem postopku za določanje, zato lahko preračunamo enega v drugega.

1 ml n-KOH = 56,1 mg KOH,
= 282 mg oleinske kisline,
= 200 mg lavrinske kisline,
= 298 mg ricinolne kisline,
= 256 mg palmitinske kisline.

Določanje prostih maščobnih kislin**Pribor**

1. Erlenmeyerjeva buča, 200 ml;
2. Bireta, 25 ali 50 ml z gradacijo 0,1 ml;
3. Laboratorijska tehtnica, natančnosti 0,01 g;
4. Vodna kopel.

Reagenti

1. 0,1 n-vodna raztopina bazičnega hidroksida (NaOH ali KOH);
2. Nevtralizirana zmes etiletra in 96 vol%-nega etanola (1:1);
3. 1 %-na raztopina fenolftaleina v 96 vol%-nem etanolu ali 2,5 % raztopina bazičnega modrila 6B v 96 vol%-nem etanolu.

Postopek

V Erlenmeyerjevi buči, ki drži 200 ml, stehtamo 5 do 10 g olja ali masti (natančnost $\pm 0,01$ g), ki jo če ni tekoča, s segrevanjem raztopimo v vodni kopeli, prelijemo s 50 ml nevtralne zmesi etrovega etanola in pretresemo, nato dodamo nekaj kapljic raztopine fenolftaleina ali bazičnega modrila 6B in titiramo z 0,1 n-raztopino bazičnega hidroksida, dokler ne spremeni barve. Če se pri titriranju barva škali, dodamo še 5 do 10 ml zmesi etrovega etanola in stresamo, da se tekočina zbistri. Če je to potrebno, steklenico z vsebino malo segrevamo v vodni kopeli, shladimo na sobno temperaturo in nato končamo titriranje.

Opomba: Pri titriranju z 0,1 n-vodno raztopino kalijevega hidroksida, mora biti količina etanola v zmesi etrovega etanola za 1/5 večja od količine uporabljene 0,1 n-raztopine kalijevega hidroksida, da bi se izognili hidrolizi mila, ki nastaja pri tem.

Za titriranje temnih olj (pri katerih ni mogoče določiti konca titracije) vzamemo večjo količino topila in raztopino bazičnega modrila 6B kot indikator.

Račun

$$\text{kislinska stopnja} = \frac{10 \cdot b}{a}$$

$$\text{kislinsko število} = \frac{10 \cdot b}{a} \cdot 0,561$$

$$\text{odstotek oleinske kisline} = \frac{10 \cdot b}{a} \cdot 0,282$$

$$\text{odstotek lavrinske kisline} = \frac{10 \cdot b}{a} \cdot 0,200$$

$$\text{odstotek ricinolne kisline} = \frac{10 \cdot b}{a} \cdot 0,298$$

$$\text{odstotek palmitinske kisline} = \frac{10 \cdot b}{a} \cdot 0,256$$

kjer je:

a – stehtana mast,

b – poraba 0,1 n-raztopine alkalnega hidroksida.

Razlika med vzporednimi titracijami ne sme biti večja kot 0,1 ml.

Opomba: Če vsebuje preiskovani vzorec olja ali masti mineralne kisline, jih je potrebno posebej določiti, ekvivalentno količino raztopine 0,1 n-hidroksida pa odbijemo od celotnega porabljenega hidroksida za nevtralizacijo, iz razlike porabe hidroksidov izračunamo vsebino prostih maščobnih kislin.

1.2.6 Določanje Whelerjevega peroksidnega števila – modificirana metoda po Hadornu, Bieferju in Suterju

Pribor

1. Erlenmeyerjeva bučka, 100 ml (dve);
2. Graduirane pipete, 1, 10 in 20 ml;
3. Bireta, 10 ml (dve).

Reagenti

1. Zmes ledene očetne kisline in kloroforma (3 + 2);
2. Hladilno nasičena raztopina kalijevega jodida, sveže pripravljena: 14 g kalijevega jodida raztopimo v 10 ml sveže prekuhane in ohlajene vode;
3. 0,01 n-raztopina natrijevega tiosulfata;
4. 1 %-na raztopina škroba.

Postopek

V Erlenmeyerjevi bučki za 100 ml stehtamo približno 1 g masti ali olja s tekočino (± 5 mg). Pri serijskih analizah, kjer ni nujna največja natančnost, zadošča, da namesto da olje merimo, vzamemo merilno pipeto, izmerjeno "na izliv" 1,1 ml. Pri tem napaka znaša največ ± 5 % in jo lahko pri olju z nizkim peroksidnim številom (po 10) zanemarimo. Dodamo 10 ml zmesi ledene očetne kisline in kloroforma, premešamo in takoj, ko sta mast ali olje enakomerno raztopljeni, z bireto dodamo 0,2 ml raztopine kalijevega jodida. Nato z roko točno eno minuto stresamo, razredčimo z 20 ml vode, dodamo 0,5 ml raztopine škroba in takoj titriramo z 0,01 n-raztopino natrijevega tiosulfata. Na analogen način opravimo slepi poskus z reagenti, samo brez olja ali masti.

Račun

$$\text{Peroksidno število} = \frac{(a - b) \cdot 5}{c}$$

kjer je:

- a – ml 0,01 n- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ v glavnem poskusu,
- b – ml 0,01 n- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ v slepem poskusu,
- c – stehtana količina.

Opomba: nasičena raztopina kalijevega jodida na zraku ni dolgo obstojna. Čim prej ga moramo še svežega uporabiti, njegovo slepo vrednost pa je potrebno od časa do časa kontrolirati (približno vsako uro). Zaradi tega ni priporočljivo, da dodajamo raztopino kalijevega jodida s pipeto. Ko ponavljamo vsesavanje raztopine, se ta stalno meša z zrakom in postane že po kratkem času zaradi oksidacije rumena. Če raztopina kalijevega jodida v bireti miruje, ostane dlje časa brezbarvna.

1.2.7 Določanje jodnega števila - po Hanušu**Pribor**

1. Erlenmeyerjeva bučka s steklenim zamaškom, 300 ml;
2. Bireta, 50 ml z graduacijo 0,1 ml;
3. Posodica za tehtanje vzorcev

Reagenti

1. 10 %-na raztopina kalijevega jodida p.a. (brez jodata);
2. Kloroform p.a.;
3. 0,1 n-raztopina natrijevega tiosulfata;
4. Sveže pripravljena 1 %-na raztopina topnega škroba;
5. Raztopina jodovega monobromida, ki jo pripravimo tako: 13 g čistega joda p.a. raztopimo v 60 ml ledene očetne kisline, nato pa dodamo 8 g broma, premešamo in dopolnimo do 1 litra z isto očetno kislino ali 20,7 jodovega monobromida p.a. raztopimo v ledeni očetni kislini p.a. in raztopino razredčimo s to kislino do 1000 ml.

Postopek

V posodici za tehtanje vzorcev stehtamo od 0,2 do 0,5 g olja ali masti ($\pm 0,0002$ g), katerih jedno število se giblje v mejah do 100, oziroma 0,1 do 0,2 g tiste substance, katere jedno število je večje od 100. Posodico damo v suho Erlenmeyerjevo bučko, 300 ml, substanco razkrojimo z 10 do 15 ml kloroforma, s pipeto dodamo 25 ml raztopine jodovega monobromida, dobro pretresemo in pustimo v zamašeni Erlenmeyerjevi bučki v temnem prostoru 30 minut. Nato dodamo 15 g kalijevega jodida in približno 150 ml destilirane vode ter titriramo z 0,1 n-raztopino natrijevega tiosulfata, dokler barva ni svetlo rumena. Potem dodamo 1 do 2 ml raztopine škroba in nadaljujemo titriranje, dokler modra barva ne izgine. Vzoredno opravljamo na enak način slepi poskus samo brez olja ali masti.

Račun

$$\text{Jodno število} = \frac{(a - b) \cdot 0,01269}{c} \cdot 100$$

kjer je:

- a – število za slepi poskus porabljenih ml 0,1 n-raztopine natrijevega tiosulfata;
- b – število za titriranje olja in masti porabljenih ml 0,1 n-raztopine natrijevega tiosulfata;
- c – teža stehtanega vzorca olja in masti v gramih 1 ml 0,1 n- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,01269$ g joda.

1.2.8 Določanje razmiljenih snovi**Pribor**

1. Erlenmeyerjeva bučka, 200 do 300 ml, s povratnim zračnim kondenzatorjem;
2. Lij za odvajanje, 500 ml;
3. Vodna kopel.

Reagenti

1. Etanolna raztopina kalijevega hidroksida, ki jo pripravimo tako: raztopimo približno 35 do 40 g kalijevega hidroksida p.a. v 10 ml destilirane vode, razredčimo do 500 ml z 96 vol%-nim etanolom. Pustimo ga čez noč, dekantiramo bistro tekočino, damo v steklenico in zamašimo z gumijastim zamaškom.
2. Petrol-eter (vrelišče 40 do 60 °C);
3. Etanol 96 vol%-ni in 50 vol%-ni;
4. Fenoltalein 1 %-na raztopina v 96 %-nem etanolu.

Postopek

V Erlenmeyerjevi bučki stehtamo približno 5 g dobro zmešanega olja ali masti ($\pm 0,1$), dodamo 50 ml etanolne raztopine KOH in nekaj koščkov plovca. Steklenico spojimo s povratnim zračnim kondenzatorjem in pustimo da počasi vre 1 uro. Nato dodamo 50 ml destilirane vode in, če je raztopina motna, segrevanje ponovimo.

Po hlajenju pri 20 do 25 °C prelijemo vsebino iz Erlenmeyerjeve bučke v lij za odvajanje. Steklenico nekajkrat izperemo s petrol etrom, ki ga prav tako prenesemo v lij za odvajanje tako, da je celoten petrol eter za izpiranje 50 ml. Lij zamašimo, 1 minuto močno stresamo in pustimo, dokler plasti ne odstopijo.

Milno raztopino vlijemo v drug lij za odvajanje iste velikosti kot prvi, ponovno dodamo 50 ml petrol etra, dobro stresamo in pustimo, da plasti odstopijo, nato pa zlijemo milno raztopino v poprej uporabljeno Erlenmeyerjevo bučko. Petrol etrov ekstrakt iz drugega lija prelijemo skozi zgornjo odprtino v prvega.

Izloženo milno raztopino olja vlijemo znova v drug lij, ponovno dodamo 50 ml petrol etra in preiskujemo kot prej. Če nastane pri stresanju milne raztopine s petrol etrom emulzija, dodamo še 5 do 10 ml etanola. Spojino treh petrol etrovih ekstraktov operemo s slabo bazičnim 50 %-nim etanolom, nato jih ponovno operemo s 25 %-nega etanola (brez lugov), da bi odstranili ostanek mila, vse dokler tekočina za izpiranje, poprej razredčena z dva do trikrat večjo količino vode, ne neha rožnato barvati s fenolftaleinom. Izpran petrol etrov ekstrakt prenesemo v poprej posušeno in stehano steklenico za destiliranje, predestiliramo petrol eter, dobljeni ostanek pa sušimo pri 100 do 105 °C. Tehtamo po vsakih 15 minutah sušenja. Sušenje je končano, ko teža med dvema zadnjima tehtanjema ni večja kot 0,0002 g. Iz teže suhega ostanka izračunamo vsebino razmiljenih snovi.

1.2.9 Določanje Bömerjevega diferenčnega števila

Reagenti

1. Eter,
2. 0,5 n-raztopina kalijevega hidroksida v etanolu,
3. 25 %-na solna kislina

Priprava gliceridov

Postopek

V čaši, ki drži približno 150 ml, raztopimo 50 g stopljene in filtrirane bistre masti v 50 ml etra. Raztopino pokrijemo z urnim steklom, ohladimo na 15 °C in ob pogostem mešanju pustimo, da kristalizira. Po 1 uri izsesamo izloženo kristalno kašo skozi Büchner-jev lij, v katerega damo filtrirni papir. Čim več tekočine odstranimo s pritiskanjem s tolkalom ali podobno pripravo. Kristalno maso nato ponovno razkrojimo v 50 ml etra v isti čaši kakor prvič in pustimo, da na enak način ponovno kristalizira. Po 1 uri filtriramo na enak način kot prvič in iz kristalne kaše spet odstranimo čim več tekočine. Ko so kristali suhi, določimo tališče (glej dalje). Čista svinjska mast daje po tem postopku gliceride, ki se najpogosteje talijo pri 63 do 64 °C, medtem ko svinjska mast s primesjo govejega ali ovčjega loja redno daje gliceride z nižjim tališčem. Če je tališče gliceridov pod 61 °C, kristaliziramo še enkrat, preden začnemo pripravljati maščobne kisline, oziroma ponavljamo kristalizacijo na enak način, dokler ne dobimo gliceridov s tališčem nad 61 °C. Praviloma zadošča dvakratna kristalizacija. Če preizkušamo mehke masti, ki vsebujejo dosti oleina, iz katerih se gliceridi zelo težko ali sploh ne izločajo, podaljšamo kristalizacijo še za pol do 1 uro pri nižji temperaturi (5 do 10 °C), ali pa za razkrajanje masti uporabimo zmes iz 3 do 4 delov etra in enega dela alkohola, ali še bolje brezvodni aceton. Če uporabimo eno izmed zadnjih dveh raztopin za prvo kristalizacijo, je druga kristalizacija vedno z etrom, da bi zagotovo odstranili gliceride oleinske kisline.

Priprava maščobnih kislin

Postopek

Iz enega dela gliceridov, dobljenih na zgoraj opisani način, izločimo maščobne kisline. Pri tem je posebej pomembno, da ima tisti del gliceridov, iz katerega izločamo maščobne kisline, popolnoma enako sestavo kot del gliceridov, za katerega določamo tališče. V ta namen najprej razdrobimo 0,1 do 0,2 g gliceridov v majhnem možnarju v popolnoma homogen prah. Približno polovico tega namilimo v majhnem kozarcu z 10 ml 0,5 n-raztopine alkoholnega kalijevega hidroksida, s 5 do 10 minutnim kuhanjem na mrežici ob močnejšem vrenju. Nato prenesemo milno raztopino s 100 ml vode v lij za odvajanje. Raztopini, ki mora biti popolnoma bistra, dodamo 3 ml 25 %-ne kisline, premešamo, da se maščobne kisline sprostijo in stresamo s 25 ml etra. Ko plasti popolnoma odstopijo, pustimo spodnjo vodno raztopino, etrovo plast pa peremo dvakrat s 25 ml vode. Vodno plast vsakokrat pustimo da odteče, etrovo raztopino pa po drugem pranju filtriramo skozi suhi filtrirni papir v majhen kozarec. Nato eter izhlapi v vodni kopeli, preostale maščobne kisline pa se sušijo pol do 1 uro pri 100 °C. Po hlajenju maščobne kisline zdrobimo v fin homogen prah v kozarcu z nožem ali spatulo, ali v skledici z majhnim tolkalom.

Določanje tališč**Postopek**

Da bi dosegli zanesljive rezultate je nujno, da določamo tališče gliceridov in njihovih maščobnih kislin pod popolnoma enakimi pogoji. To najbolje dosežemo z istočasnim določanjem tališča obeh snovi. Prvo določanje tališča gliceridov je bilo samo informativno, da smo ugotovili, ali je ponovna kristalizacija potrebna ali ne. Tališče določamo smotrno z uporabo toplomera, z lestvico od 40 do 70 °C in razdelitvijo, na desetinke stopinj.

Tališče določimo v cevkah iz tankega stekla enake debeline, v obliki črke U z notranjim premerom približno 0,75 mm. En krak cevke je pri odprtini razširjen kot lij. Skozi razširjeno odprtino vsujemo prah, ki ga s pomočjo platinaste žice (če je nimamo pa s pomočjo tenke vlečene steklene palčke) po možnosti potisnemo navzdol. Iz prahu nastane strnjen stebrič, visok 2 do 3 mm, ki je 0,5 do 1 cm nad upognjenim delom cevke. V eno cevko za določanje tališča damo glicerid, v drugo pa (vendar ne v drugi krak iste cevke) - njegovo prosto maščobno kislino. Nato pritrdimo prazne krake cevk z majhnim gumijastim prstanom (košček gumijaste cevi, širok 1 mm) na toplomer tako, da sta stebrička prahu v višini rezervoarja z živim srebrom. Toplomer s cevkami damo v čašo, ki drži 200 ml, v kateri je koncentrirana žveplena kislina ali parafinsko olje. Živo srebro in kapilare morajo biti v sredini tekočine (konci kapilar morajo biti izven nje). Nato začnemo postopoma segrevati. Od 50 °C navzgor smemo povišati temperaturo samo za 1,5 do 2 °C v eni minuti. Tekočino za segrevanje moramo nenehno mešati s toplomerom, ki je pritrtjen tako, da ga je mogoče premikati, da bi bila temperatura segrevane tekočine popolnoma enakomerna. Za tališče štejemo temperaturo, pri kateri postanejo substance popolnoma bistre. Določanje tališča moramo ponoviti z novim poskusom na enak način. V dveh poskusih se ne sme razlikovati za več kot 0,2 °C, za nadaljnji obračun pa vzamemo srednjo vrednost obeh preizkusov. Če je stebrič živega srebra v toplomeru, ki gleda iz tekočine velik, upoštevamo za tališče korekturo tako, kot je označeno pri določanju tališča masti.

Ko tališče gliceridov označimo s T_g , njihovih maščobnih kislin s T_k , diferenco tališč ($T_g - T_k$) z d , imajo gliceridi s tališčem med 61 °C do vključno 65 °C naslednje razmerje: $T_g + 2d = 71$.

Če je vrednost za $T_g + 2d$ manjša od 71 je s tem dokazano, da je preiskovani vzorec vseboval goveji loj ali njemu podobne masti (npr. ovčji loj, hidrogenirano olje).

Pri gliceridih s tališčem med 60 in 61 °C ne sme biti razlika med tališči njihovih maščobnih kislin manjša od 5 °C. Pri gliceridih s tališčem od 61 do 65 °C ne sme biti razlika pri čisti svinjski masti manjša kot je navedeno v tabeli 3, pri gliceridih s tališčem od 65 do 68,5 °C pa ne sme biti manjša od 3 °C.

Tabela 3. Razlika tališč maščobnih kislin pri čisti svinjski masti

Tališče gliceridov	Razlika tališč	Tališče gliceridov	Razlika tališč	Tališče gliceridov	Razlika tališč	Tališče gliceridov	Razlika tališč
61,0	5,0	62,0	4,5	63,0	4,0	64,0	3,5
61,1	4,95	62,1	4,45	63,1	3,95	64,1	3,45
61,2	4,9	62,2	4,4	63,2	3,9	64,2	3,4
61,3	4,85	62,3	4,35	63,3	3,85	64,3	3,35
61,4	4,8	62,4	4,3	63,4	3,8	64,4	3,3
61,5	4,75	62,5	4,25	63,5	3,75	64,5	3,25
61,6	4,7	62,6	4,2	63,6	3,7	64,6	3,2
61,7	4,65	62,7	4,15	63,7	3,65	64,7	3,15
61,8	4,6	62,8	4,1	63,8	3,6	64,8	3,1
61,9	4,55	62,9	4,05	63,9	3,55	64,9	3,05

Če pride do razlik, manjših kot je navedeno za posamezne gliceride, štejemo, da je dokazana primes loja. Če je vrednost za $T_g + 2d$ samo malo nad ali pod 71, je potrebno še enkrat iz etra prekristalizirati gliceride. Izločenim gliceridom in na enak način izločenim maščobnim kislinam ponovno določimo tališče. Če je tudi sedaj vrednost za $T_g + 2d$ manjša od 71, štejemo, da je primes govejega ali ovčjega loja dokazana.

1.2.10 Določanje Reichert-Meisslovega števila

Pribor

1. Polenskejeva aparatura, sestavljena tako:
 - a) buča z ravnim dnom, 300 ml, iz nevtralnega, odpornega stekla (dve),
 - b) specialni nastavek za destilacijo,
 - c) Liebigov kondenzator, dolg 52 cm, dolžina plašča 30 cm, z varnostnim prstanom;
2. Azbestna plošča z izrezom $\varnothing$ 6,5 cm;
3. Čaša, 100 ml;
4. Visoka čaša, 1000 ml, ali visok lonec;
5. Graduirani pipeti, 2 in 5 ml;
6. Graduirani valji, 25, 50 in 100 ml;
7. Merilna buča, 100 do 110 ml, (dve);
8. Steklen lij, $\varnothing$ 5 cm (dva);
9. Pipeta 100 ml (dve);
10. Toplomer do 100 °C;
11. Erlenmeyerjeva buča, 200 ml (štiri);
12. Bireta, 50 ml.

Reagenti

1. 50 %-na raztopina kalijevega hidroksida (100 g kalijevega hidroksida raztopimo v 100 ml vode, pustimo, da se karbonat sesede, nato pa odlijemo bistro tekočino);
2. Glicerin;
3. Razredčena žveplena kislina (25 ml koncentrirane kisline v 1 litru);
4. 1 %-na alkoholna raztopina fenolfaleina (nevtralna);
5. 0,1 n-raztopina natrijevega hidroksida;
6. Plovec v prahu.

Postopek

V buči iz nevtralnega stekla, ki drži 300 ml, stehtamo 5 g ($\pm$ 0,01 g) masti. Nato dodamo 2 ml 50 %-nega kalijevega hidroksida (brez ogljikovega dioksida) in 4 ml glicerina. Ob nenehnem mešanju saponificiramo, segrevamo na slabem ognju, dokler tekočina ne postane popolnoma bistra, ponavadi po 5 minutah. Ko se tekočina shladi na 80 °C do 90 °C, dodamo 90 ml prekuhane vode približno iste temperature. Raztopina mora biti brezbarvna ali rumenkasto obarvana, sicer ni uporabna za preizkušanje (navadno dajo žarke in pokvarjene masti temno raztopino). V bučo nato dodamo 50 ml raztopljenе žveplene kisline, malo plovec v prahu (0,6 do 0,7 g) in raztopino takoj destiliramo v predpisanem aparatu. Destilat prestrežemo v merilno bučo, ki drži 110 ml. Buča za destilacijo stoji na azbestni plošči, z izrezom 6,5 cm in se segreje na prostem plamenu. Še pred začetkom destiliranja uravnamo plamene plina tako, da v 19 do 21 minutah dobimo 110 ml destilata. Destilat shladimo, toda ne sme biti niti topel niti hladen, temveč mora kapljati s temperaturo 20 do 23 °C. Ko predestiliramo 110 ml, plamen odstranimo, posodo z destilatom pa takoj nadomestimo z merilnim valjem, ki drži 25 ml.

Bučo z destilatom damo čim globlje v vodo s 15 °C in hladimo brez mešanja 10 minut. Nato jo zamašimo, obrnemo štiri do petkrat brez močnejšega stresanja in filtriramo skozi suh in gladek filtrirni papir s premerom 8 cm, 100 ml filtrata filtriramo z dodatkom 4 kapljic 1 %-ne nevtralne alkoholne raztopine fenolftaleina in z 0,1 n-natrijevega hidroksida do rdečkaste barve. Na enak način opravimo slepi poskus brez masti.

Račun

$$\text{Reichert-Meisslovo število} = 1,1 (a-b)$$

(pomnožimo z 1,1 ker od 110 ml filtrata vzamemo za titracijo 100 ml).

kjer je:

a = poraba ml 0,1 n-natrijevega hidroksida, za glavni poskus;

b = poraba ml 0,1 n-natrijevega hidroksida za slepi poskus.

Primer

Stehtano surovo maslo = 5,00 g

Za nevtralizacijo 100 ml destilata je porabljen 24,80 ml 0,1 n-natrijevega hidroksida.

Za slepi poskus je porabljen 0,13 ml 0,1 n-natrijevega hidroksida.

Iz tega izračunamo porabo za 110 ml destilata = 27,28 ml 0,1 n-natrijevega hidroksida. Torej:

$$\text{Reichert-Meisslovo število} = 27,28 - 0,13 = 27,15$$

1.2.10.1 Določanje Polenskejevega števila

Pribor

1. Ves pribor, ki je naveden za določanje Reichert-Meisslovega števila;
2. Erlenmeyerjeva buča, 100 ml.

Reagenti

1. 90 %-ni nevtralni alkohol;
2. 1 %-na alkoholna raztopina fenolftaleina (nevtralna);
3. 0,1 n-raztopina natrijevega hidroksida.

Postopek

Določanje Polenskejevega števila se nadaljuje po določanju Reichert-Meisslovega števila. Na filtru je že največji del netopnih kislin, toda majhen del je še ostal v cevi za hlajenje, v predložku s 110 ml in v predloženem valju, ki drži 25 ml. Da popolnoma odstranimo topne kisline, izperemo najprej cev za hlajenje, predložek, valj in filter trikrat s 15 ml vode. Šele ko se predhodno nalita voda popolnoma odcedi, lahko v filter dolijemo vode.

Ko je izpiranje z vodo končano, damo lij na čisto bučo, ki drži 100 ml, nato pa trikrat ponovimo izpiranje na enak način s 15 ml nevtralnega 90 %-nega alkohola t.j. izperemo cev za hlajenje, obe posodi za prestrezanje destilata in filter. V alkoholnem filtratu so sedaj raztopljene tiste maščobne kisline, ki se v vodi ne topijo. Z dodatkom 3 kapljic raztopine fenolftaleina titriramo z 0,1 n-natrijevega hidroksida do jasne rdečkaste barve.

Račun

Polenskejevo število = število porabljenih ml 0,1 n-natrijevega hidroksida.

Razlika med dvema vzporednima analizama pri določanju Polenskejevega števila ne sme biti večja:

Pri Polenskejevem številu	do 2	za 10 %
" " "	nad 2	do 5 za 8 %
" " "	nad 5	do 10 za 5 %
" " "	nad 10	za 4 %

Razliko v obeh konstantah pri nekaterih masteh kaže tabela 4.

Tabela 4. Reichert-Meisslovo število in Polenskejevo število za nekatere vrste masti

Vrsta masti	Reichert-Meisslovo število	Polenskejevo število
Surovo maslo	23,3 - 30,1	1,5 - 3,0
Kokosova maščoba	6,8 - 7,7	16,8 - 17,8
Oleomargarin	0,5	0,53
Svinjska mast	0,35	0,5
Loj	0,55	0,56

1.2.10.2 Ugotovitve iz Reichert-Meisslovega in Polenskejevega števila

Reichert-Meisslovo in Polenskejevo število sta v določenem razmerju. Z rastočim Reichert-Meisslovim številom se poveča Polenskejevo število za približno 1,2 pri surovem maslu z Reichert-Meisslovim številom 20 vse do 3,0 pri surovem maslu z Reichert-Meisslovim številom 30. V glavnem je Polenskejevo število približno 1/10 Reichert-Meisslovega. Razmerje teh vrednosti je prikazano v tabeli 5.

Tabela 5. Razmerje med Reichert-Meisslovim in Polenskejevim številom

Reichert-Meisslovo število	Ustrezno Polenskejevo število	Največje dovoljeno Polenskejevo število
20 - 21	1,3 - 1,4	1,9
21 - 22	1,4 - 1,5	2,0
22 - 23	1,5 - 1,6	2,1
23 - 24	1,6 - 1,7	2,2
24 - 25	1,7 - 1,8	2,3
25 - 26	1,8 - 1,9	2,4
26 - 27	1,9 - 2,0	2,5
27 - 28	2,0 - 2,2	2,7
28 - 29	2,2 - 2,5	3,0
29 - 30	2,5 - 3,0	3,5
30 - 31	3,0 - 3,5	4,0
31 - 32	3,5 - 4,0	4,5
32 - 33	4,0 - 4,5	5,0

Ko Polenskejevo število presega največjo dovoljeno mejo sklepamo, da surovo maslo, ki smo ga preiskovali, vsebuje primešano kokosovo ali palmينو maščobo.

1.2.11 Določanje Kirschnerjevega števila

Pribor

1. Polenskejeva aparatura;
2. Lij, Ø približno 5 cm;
3. Graduirana pipeta, 25 ml;
4. Graduirani valj; 150 do 200 ml;
5. Erlenmeyerjeva buča, 200 ml;
6. Bireta, 50 ml.

Reagenti

1. Srebrov sulfat, zdrobljen v fini prah;
2. Razredčena žveplena kislina: 25 ml koncentrirana H_2SO_4 v 1 litru vode;
3. Plovec v grobem prahu;
4. 0,1 n-raztopina natrijevega hidroksida;
5. 1 %-na etanolna raztopina fenolftaleina (nevtralna).

Postopek

Titrirano tekočino po določitvi Reichert-Meisslovega števila dopolnimo z vodo do 130 ml, dodamo 0,5 g srebrovega sulfata in pustimo medtem, ko včasih premešamo, najmanj 1 uro v temnem prostoru, kjer ga nato filtriramo skozi suh filtrirni papir. V bučo za destilacijo damo 120 ml filtrata, dodamo 25 ml razredčene žveplene kisline in približno 0,1 g plovca ter destiliramo 110 ml od tega pa 100 ml titriramo kot pri določanju RM števila.

Račun

$$\text{Kirschnerjevo število} = a \cdot 1,19$$

kjer je:

a = porabljeno število ml 0,1 n-natrijevega hidroksida.

1.2.12 Določanje števila maslene kisline*A) Postopek I (makro)***Pribor**

1. Buča z ravnim dnem, 500 ml iz nevtralnega, odpornega stekla (dve);
2. Graduiri valj, 250 ml;
3. Stekleni lij, Ø 7 do 9 cm (dva);
4. Graduirana pipeta, 10 ml (dve);
5. Pipeta, 25 ml (dve);
6. Pribor za določanje Reichert-Meisslovega števila.

Reagenti

1. Raztopina kalijevega hidroksida ($d = 1,5$); 750 g KOH raztopimo v 1 litru vode;
2. Glicerol ($d = 1,26$);
3. 10 %-na raztopina kalijevega sulfata (nasičena) ($d = 1,08$);
4. Razredčena žveplena kislina (1 + 3);
5. Raztopina kokosovega mila: 100 g kokosove maščobe previdno namilimo z 100 ml glicerola in 40 ml KOH v merilni buči, ki drži 1000 ml, iz nevtralnega stekla, dokler se ne neha peniti in raztopina ne postane bistra. Po ohladitvi pod 100°C jo razredčimo z vodo do oznake;
6. Čista izžarjena kremenica;
7. Plovec v prahu;
8. 0,1 n-raztopina natrijevega hidroksida;
9. 1 %-na etanolna raztopina fenolftaleina.

Postopek

Približno 5 g ($\pm 0,0001$ g) filtrirane maščobe namilimo v buči, ki drži 300 ml, z 2 ml kalijevega hidroksida in 10 ml glicerola nad odprtim slabim ognjem, pri čemer bučo ves čas obračamo, dokler tekočina ne postane bistra. Potem kratek čas stoji, nato tekočino ohladimo pod 100°C in še topli dodamo 150 ml raztopine kalijevega sulfata, čim bolj točno odmerjene

v graduiranem valju in ohladimo na 20 °C. Nato s stresanjem zaporedoma dodamo 5 ml žveplene kisline, 10 ml raztopine kokosovega mila in 0,5 g kremenice, pustimo 10 minut ob pogostem mešanju in filtriramo skozi suh, naguban filtrirni papir v Erlenmeyerjevo bučo. V bučo, ki drži 500 ml damo 125 ml bistriga filtrata, dodamo 50 ml vode in malo plovca s Polenskejevo aparaturo predestiliramo v merilno bučo natančno 110 ml v 20 minutah. Destilat kvantitativno ob izpiranju z malo vode prenesemo v bučo, ki drži 200 ml (brez filtriranja) in titriramo z 0,1 n-raztopino natrijevega hidroksida s fenolftaleinom do rdečkaste barve. Enako opravimo slepi poskus z vsemi uporabljenimi reagenti, toda brez maslene maščobe.

Račun

Razlika med porabljenim številom ml 0,1 n-NaOH pri glavnem in slepem poskusu; pomnožena s faktorjem 1,40 da število maslene kisline pri čemer moramo upoštevati popravek 0,1 n-NaOH in stehtano količino, če ni bila točno 5,000 g. Iz števila maslene kisline (a) in saponifikacijskega števila (b) dobimo odstotek maslene maščobe (x) po empirični formuli

$$X = 5,09 \cdot a - 0,085 \cdot (b - 200)$$

v kateri je za saponifikacijo število čistega surovega masla in drugih maščob (razen kokosove) vzeta vrednost 200.

Pripomba Število maslene kisline je pri masleni maščobi približno 20, pri kokosovi maščobi približno 0,9. Če je stehtano manj kot 5 g, je število maslene kisline nekaj večje pri masleni in kokosovi maščobi, če pa je stehtano več, je to število malo manjše pri kokosovi maščobi, pri masleni maščobi pa še manjše.

B) Postopek II (polmikro)

Pribor

1. Erlenmeyerjeva buča, 50 in 100 ml;
2. Graduirane pipete, 1, 5 in 20 ml;
3. Beckelovi cecki 11 in 12,5 ml;
4. Čaša 25 ml;
5. Bireta 25 ml;
6. Stekleni lij Ø 5 do 6 cm.

Reagenti

1. Etanolna raztopina kalijevega hidroksida: 40 ml 47 %-ne vodne raztopine kalijevega hidroksida in 40 vode dopolnimo s 96 %-nim etanolom do 1 litra,
2. Glicerol ($d = 1,23$),
3. Nasičena raztopina kalijevega sulfata (10 %-na, $d = 1,08$),
4. Razredčena žveplena kislina (1 + 3),
5. Raztopine kokosovega mila: kot pri makro postopku,
6. 7 in 9 kot pri makro postopku,
7. 0,01 n-raztopina natrijevega hidroksida.

Postopek

V Erlenmeyerjevi buči, ki drži 50 ml, segrejemo 500 do 550 mg masti s 5 ml etanolne raztopine kalijevega hidroksida do slabega vretja, ko se mast stopi pa dodamo 1 ml glicerola. Kuhamo dalje do močnejšega penjenja. Nato damo bučo v sušilnico, kjer ostane 1 uro v vodoravni legi. Po sušenju takoj dodamo, medtem ko močno stresamo, s pipeto 15 ml nasičene raztopine kalijevega sulfata, pustimo, da se ohladi na 20 °C in dodamo vsakokrat ob stresanju 0,5 ml razredčene žveplene kisline, 1 ml raztopine kokosovega mila in 0,1 g očiščene kremenice. Filtriramo skozi naguban filtrirni papir Ø 10 cm (npr. S. in S. št. 588) v Beckelovo cevko, dokler filtrat ne pride do označbe 12,5 ml. Nato ga prelijemo v Erlenmeyerjevo bučo, ki drži 100 ml, izperemo s 5 ml vode, dodamo plovec v grobem prahu, destiliramo 11 ml v predložku, prelijemo v čašo in titriramo z 0,01 n-natrijevim hidroksidom s fenolftaleinom kot indikatorjem. Istočasno opravimo slepi poskus s 500 mg kakavovega masla.

Račun

Razlika med porabljenim številom ml 0,01-n-NaOH pri glavnem in slepem poskusu, pomnožena s faktorjem iz tabele 6, da število maslene kisline.

Tabela 6. Faktorji za izračunavanje maslene kisline

Stehtano mg	Faktor	Stehtano mg	Faktor	Stehtano mg	Faktor	Stehtano mg	Faktor
500-501	1,40	510-513	1,37	522-525	1,34	534-537	1,31
502-505	1,39	514-517	1,36	526-529	1,33	538-541	1,30
506-509	1,38	518-521	1,35	530-533	1,32	542-545	1,29
						546-550	1,28

1.2.13 Določanje niklja (Ni) v hidrogeniziranih maščobah

Postopek določanja niklja obsega:

- 1) sežiganje vzorca;
- 2) pridobivanje pepelne raztopine;
- 3) določanje niklja v vzorcu;
- 4) izdelavo kalibracijske krivulje.

Sežiganje vzorca**Reagent**

- 1) Magnezijev nitrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) p.a.

Postopek

V porcelanskem lončku, ki drži 50 ml (50 x 55) stehtamo približno 10 do 30 g dobro premešanega vzorca (odvisno od pričakovanega Ni) in posušimo v sušilnici pri 105 °C. Nato dodamo 0,2 do 0,3 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ in previdno segrevamo na majhnem ognju. Ko se vzorec segreje do temperature plamenišča, se plini vnamejo. Med gorenjem lonček počasi segrevamo tako, da olje nenehno gori s sajastim plamenom visokim 3 do 5 cm. Zgorevanje traja 2,5 do 3 ure. Ostanek žarimo dalje v električni peči na 500 °C do konstantne teže.

Pridobivanje pepelne raztopine

Reagenti

1. 50 %-na dušikova kislina p.a;
2. koncentrirana raztopina amoniaka p.a;
3. 1 %-na raztopina amoniaka p.a.

Postopek

Ohlajenemu pepelu dodamo 1 do 2 ml 50 %-ne dušikove kisline in počasi segrevamo na gorilniku. Dekantiramo v čašo, ki drži 100 ml. Izpiranje ponovimo nekajkrat z 1 do 2 ml 50 %-ne dušikove kisline, da se nikelj popolnoma raztopi. Pepelno raztopino nevtraliziramo s koncentrirano raztopino NH_4OH z indikatorskim papirjem.

Nevtralno ali slabo bazično raztopino prefiltriramo (filtrirni papir Schleicher & Schüll ali filtrirni papir, izpran s kislino) v merilno bučo, ki drži 50 ml, filtrirni papir operemo z 1 %-nim amoniakom, filtrat pa dopolnimo do označbe z bidestilirano vodo.

Določanje niklja v vzorcu

Reagenti

1. 10 %-na limonska kislina p.a. (hranimo jo na ledu);
2. Nasičena bromova voda p.a., vsakokrat sveže pripravljena;
3. Dimetilglikoksin p.a. 1 %-na raztopina v 95 %-nem etanolu;
4. Koncentrirana raztopina NH_4OH p.a.;
8. $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a.

Postopek

Po pričakovanem niklju vlijemo s pipeto 5 do 20 ml pepelne raztopine v merilno bučo, ki drži 50 ml in jo razredčimo z bidestilirano vodo na približno 25 ml. Nato dodamo 2 ml 10 %-ne raztopine limonske kisline in po kapljicah sveže pripravljeno, nasičeno bromovo vodo, ob nenehnem stresanju, dokler se ne pokaže jasna rumena barva in dodamo nato še 2 kapljici. Zatem dodamo 5 ml koncentriranega amonijevega hidroksida in 2 ml etanolne raztopine dimetilglikoksina dobro premešamo in dopolnimo z bidestilirano vodo do označbe. V 10 do 30 minutah fotometriramo s slepim poskusom pri 455 milimikronih v kivetu s $\varnothing$ 1 cm.

Priprava kalibracijske krivulje

Stehtamo natančno 4,78 g $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a. in raztopimo v bidestilirani vodi. Dodamo 1 ml H_2SO_4 koncentrirane p.a. in dopolnimo do 1 litra. S pipeto vlijemo 10 ml te raztopine v merilno bučo, ki drži 1 liter in dopolnimo do označbe z bidestilirano vodo. Kalibracijsko krivuljo pripravimo tako, da standardno raztopino razredčimo do raznih koncentracij niklja v mejah od 20 do 180 mikrogramov.

Raztopine za fotometriranje pripravimo v merilnih bučah, ki drže 50 ml. V bučo vlijemo s pipeto določeno količino standardne raztopine in razredčimo z bidestilirano vodo na približno 25 ml. Dalje postopamo tako, kot je opisano pri preiskovanju vzorca.

Rezultate merjenja ekstinkcije standardne raztopine vnesemo v tabelo ali diagram.

Z uporabo tehnike najmanjših kvadratov lahko izračunamo enačbo linearne regresije na ustaljen način.

Količino niklja v preiskovanem vzorcu določimo s pomočjo kalibracijskega diagrama ali tabele za standard, upoštevajoč vrednost slepega poskusa kot tudi vsa razredčenja, ki smo jih opravili v preiskovanem poskusu.

V navadi je, da se rezultat izkaže kot količina Ni v mikrogramih na gram vzorca.

1.2.14 Določanje tališča masti - metoda v zaprti kapilari

Tališče masti določamo v kapilarnih cevkah s tankimi stenami, s premerom 1 mm, dolgimi pa 10 cm. Na enem koncu polnimo zaprto kapilarno cev tako, da odprti konec nekajkrat pritisnemo v dobro premešan vzorec masti, stebriček masti, ki je v cevki, pa s tanko izvlečeno palčko, ki lahko gre v kapilarno cevko, potlačimo. Vzorec lahko pripravimo tudi tako, da oba konca odprte in segrete kapilarne cevke potopimo v raztopljeno mast, vzamemo potrebno količino masti in nato en konec kapilare zamašimo. Če preizkus pripravljamo na takšen način mora biti kapilarna cevka z mastjo preden začnemo določati tališče, na hladnem prostoru (najbolje na ledu) 15 do 24 ur.

Stebriček masti v kapilarni cevki mora biti visok 10 do 20 mm, odvisno od velikosti živosrebrnega rezervoarja v toplomeru.

Kapilaro pritrdimo na toplomer z gumijastim prstanom, tako da je stebriček masti v višini živosrebrnega rezervoarja. Toplomer s kapilaro zamašimo, damo v prazno širšo epruveto, ki je s ščipalko pritrjena na stojalo. Epruveta mora biti potopljena v širšo čašo z vodo. Vodo počasi ob stalnem mešanju (mešalka je iz žice) segrevamo, da se temperatura poveča v eni minuti največ za 1 °C. Za tališče štejemo temperaturo na kateri postane stebriček masti popolnoma prozoren in bister. Za merjenje moramo uporabiti natančen toplomer, ki je razdeljen na 0,2 °C.

Če za določanje tališča ne uporabljamo skrajšanih toplomerov moramo, da bi bile meritve natančne, upoštevati popravek za živosrebrni stebriček, ki je izven tekočine, po naslednji formuli:

$$T = t + n (t - t_1) \cdot 0,000154$$

kjer je:

T - popravek tališča,

t - odčitano tališče,

n - dolžina živosrebrnega stebrička, ki je izven tekočine v temperaturnih stopinjah,

t₁ - srednja temperatura zraka, ki jo izmerimo z drugim toplomerom tako, da ga držimo pri sredini živosrebrnega stebrička, ki je izven tekočine.

1.2.15 Določanje antioksidantov (galati in NDGA)

Pribor

1. Liji za odvajanje, 125 ml;
2. Graduirani valji, 50 ml;
3. Merilne buče, 25 ml;
4. Pipete, 1, 2 in 5 ml.

Reagenti

1. Petrol-eter (vrelišče od 40 do 60 °C), bromovo število pod 1;
2. Čisti metanol, brez aldehydov;
3. Izo-amil alkohol;
4. Ferosulfat;
5. Natrijev-kalijev-tartrat;
6. 1 %-na vodna raztopina fero sulfata in 0,5 % tartrata;
7. Natrijev acetat, 1 %-na vodna raztopina.

Postopek

V 50 ml petrol-etra raztopimo 10 g masti ali olja, nato ekstrahiramo z 20 ml, nato pa še s 4 ml metanola. Spojene ekstrakte zmešamo v liju za odvajanje, dodamo 1 ml vode in metanolno raztopino vlijemo v merilno bučo, ki drži 25 ml.

V lij za odvajanje dodamo na 5 ml ekstrakta 0,5 ml raztopine ferosulfat-tartrata in 20 ml raztopine natrijevega acetata. Zmes pretresemo in po 10 minutah dodamo 10 ml zmesi izoamilalkohol : petrol-eter (1:1). Po dekantaciji se spodnja plast loči in ekstrahira z novo količino zmesi izo-amil-alkohol : petrol-etra. Iz spojenih ekstraktov odstranimo vodo in nato prelijemo v bučo, ki drži 25 ml. Da dobimo bistro raztopino, dodamo 2 ml metanola in dopolnimo z izo-amil-alkoholom.

Optično gostoto te raztopine merimo pri 550 milimikronih glede na izo-amil-alkohol, to je E. Slepí poskus opravimo brez dodatka raztopine ferosulfat-tartrata, to je E₀.

Za kalibriranje je potrebna raztopina čistega galata znane koncentracije (5 mg v 100 ml metanola). Vzamemo 5 ml te raztopine in jo obdelamo tako, kot je poprej opisano: to je optična gostota E_t.

Vsebino galata dobimo po formuli:

$$\text{vsebina galata (mg \%)} = \frac{E - E_0}{E_1} \cdot \frac{Pt \cdot 5}{10 \cdot p},$$

kjer je:

p = teža vzorca (masti) v gramih,

Pt = teža čistega galata v 5 ml metanolne raztopine, v gramih.

Natančnost

Približno 5 % relativne vrednosti.

Pripomba Askorbinska, limonska in fosforna kislina preprečujejo določanje. Če je prisoten kakšen nižji galat (etil ali propil), ga lahko ekstrahiramo z vodo in določamo direktno v vodni raztopini, dodamo reagent (0,5 ml) in do 25 ml dopolnimo z raztopino natrijevega acetata. Nato izmerimo optično gostoto pri 530 milimikronih.

A. Metode z 2,6 diklorkinonklorimidom

Ta metoda modro obarva BHA (max. pri 610 - 620 milimikronih) in rdeče obarva NDGA (max. pri 430 milimikronih) in PG (pri 435 milimikronih). Metodo v glavnem uporabljamo za določanje BHA.

Pribor

1. Liji za odvajanje, 250 ml;
2. Graduirani valji, 100 ml;
3. Merilne buče z brušenim zamaškom, 10, 125 in 200 ml;
4. Pipete 1, 2 in 5 ml;
5. Whatman papir št. 54.

Reagenti

1. 2,6 diklorkinonklorimid, 0,01 %-na raztopina v sveže destiliranem absolutnem etanolu;
2. Puferska raztopina: 2 %-na raztopina natrijevega borata (Na₂B₄O₇ · 10H₂O);
3. Zmes iz enega prostorninskega dela petrol-etra, z vreliščem od 30 do 60 °C in trije prostorninski deli petrol-etra z vreliščem od 10 do 100 °C, izperemo z 1/10 prostornine žveplene kisline z vodo in nato z 1 %-no raztopino kalijevega hidroksida ter končno predestiliramo;

4. 72 %-ni etanol, ki ga dobimo iz absolutnega, sveže destiliranega etanola s kalijevim permanganatom (0,1 %-nim) in kalijevim hidroksidom (0,2 %-nim).

Postopek

Približno 1 g masti raztopimo v 50 ml petrol-etra, pripravljenega tako, kot je opisano zgoraj, v liju za odvajanje. To mešamo 3 minute s 25 ml 72 %-nega etanola, kar ponovimo trikrat; nato opravimo četrto ekstrakcijo s 50 ml etanola ob eno-minutnem mešanju. Vse ekstrakte spojimo in dopolnimo do 125 ali 200 ml ter filtriramo skozi Whatman papir št. 54.

S pipeto nakapljamo 1 do 6 ml ekstrakta, glede na predvideno količino v merilno bučo, ki drži 10 ml, dodamo 2 ml reagenta, premešamo, nato pa dodamo 2 ml puferske raztopine. Pripravimo slepi poskus, ki vsebuje 6 ml 72 %-nega etanola in reagenta.

Po 15 minutah izmerimo absorbcijo pri 620 milimikronih, glede na slepi poskus.

Količino BHA izračunamo s primerjanjem s kalibracijsko krivuljo, ki je izdelana z enakim antioksidantom ali isto zmesjo izomer (3-BHA da absorbcijo petkrat močnejšo od 2-BHA).

Beerov zakon lahko uporabimo v mejah od 10 do 50 mikrogramov.

Natančnost

1 do 2 % relativne vrednosti.

1.2.16 Dokazovanje antioksidantov BHA, BHT, DG, OG, PG

A. Ekstrakcija antioksidantov iz olja

To ekstrakcijo opravimo v Erlenmeyerjevi bučki, ki drži 300 ml z brušenim zamaškom, v električnem mešalniku.

Olju, ki vsebuje antioksidante, dodamo 100 ml 96 %-nega etanola in stresamo 1 uro. Nato vsebino Erlenmeyerjeve buče prelijemo v lij za odvajanje in potem ko plasti odstopijo, alkoholni ekstrakt skozi majhen lij in s topilom ovlažen filtrirni papir filtriramo v merilno bučo, ki drži 100 ml. Dobljeni ekstrakt označimo kot ekstrakt A.

Ekstrakcijo ponovimo z drugih 100 ml čistega topila na enak način. Dobljeni ekstrakt označimo kot: ekstrakt B.

V prvem ekstraktu (A) ekstrahiramo galate, BHA v prvem (A) in drugem (B) dokler ne moremo BHT na ta način popolnoma ekstrahirati iz olja.

BHT lahko popolnoma ekstrahiramo iz olja z ekstrakcijo s pomočjo pregrete vodne pare (250 °C).

B. Izločanje antioksidantov

Aparatura in reagenti

1. Steklene plošče debele 3 mm, s ploščino 20 x 20 cm;
2. Kromatografske kadi;
3. Steklene brizgalke;
4. Električni mešalnik;
5. Steklена aparatura za destilacijo topil;
6. Mikropipete za kromatografijo (10 ml);
7. Graduירani valji z brušenim zamaškom, 10 ml;
8. Ravne plastične žlice in plastična folija;
9. Stahlov silikagel G;
10. Prečiščeni etanol p.a. 96 % (prečiščevanje opravimo z destilacijo v stekleni aparaturi, z dodatkom 1 g KOH in 0,5 g KMnO₄ s 500 ml etanola);

11. 72 %-ni etanol p.a.;
12. 95 %-ni metanol p.a.;
13. 75 %-ni metanol p.a.;
14. Petrol-eter;
15. Parafinsko olje;
16. 2,6 diklorkinonklorimid (DCQC), 0,5 %-na raztopina v etanolu.

Postopek

Izločanje fenolnih antioksidantov na tanki plasti je sestavljeno iz naslednjih operacij:

1) Priprava tanke plasti

Pred uporabo moramo ploščo dobro oprati najprej v detergentu, nato v navadni vodi, destilirani vodi in končno izprati z etanolom.

Adsorbens pripravimo za uporabo tako, da je razmerje med silikagelom G, t. j. adsorbensom in vodo 1 : 2,5.

Stehtamo 20 g silikagela, postopoma dodamo 50 ml vode in močno stresamo nekaj minut. Ko dodamo vso vodo, mešamo zmes 1 uro v mešalniku.

Tako pripravljen adsorbens za pripravo tanke plasti mora pred uporabo stati najmanj 24 ur.

Tanka plast je pripravljena z nanašanjem adsorbensa na stekleno ploščo, v debelini 0,3 mm.

Tako pripravljeno ploščo sušimo na zraku 15 minut in nato 20 minut v sušilnici pri temperaturi 110 °C.

Po hlajenju plošče impregniramo z zmesjo parafinskega olja in petrol-etera (1 : 9) v kromatografskih kadeh. Impregniramo 3/4 plošče tj. 15 cm od roba plošče.

2) Kromatografija na tanki plasti

Kromatografske kadi napolnimo s 95 %-nim metanolom in pokrijemo s steklenimi ploščami, da bi bil zrak v kadi nasičen s topilom.

V kadi mora biti toliko topila, da je plošča za kromatografijo potopljena do 0,5 cm.

Raztopino antioksidantov nanašamo na ploščo z mikropipeto, ki ima top vrh, da se ne bi poškodovala plast silikagela. Nanašati začnemo 3 cm od spodnjega roba plašče. Na ploščo naneseemo nekaj pik, ki so oddaljene med seboj 2 do 3 cm. Kadar gre za dvodimenzionalno kromatografijo, zmes antioksidantov naneseemo v eni piki in kromatografiramo v dveh smereh.

Ploščo z nanesenimi antioksidanti damo v kad zaradi razvijanja, ki traja nekaj ur t. j. dokler razkrojilo ne doseže višino 15 cm od roba plošče.

Plošče vzamemo iz kadi in jih nato sušimo na zraku.

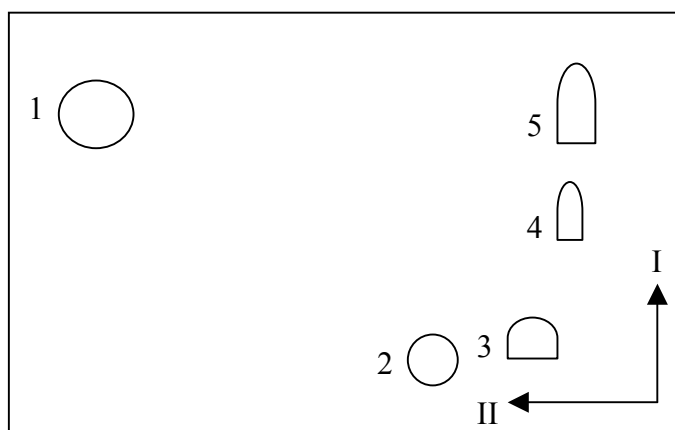
3) Razvijanje s kromatografom

Suhe plošče poškopimo z ustreznim razvijalcem. Galati niso razviti na plošči s škropljenjem z razvijalom, ker so že sami obarvani, kar omogoča njihovo ločitev.

BHA in BHT poškopimo z DCQC-jem. Antioksidant BHA da modro barvo, ki se takoj pokaže in mora takoj odstraniti ker se hitro širi in če dalj časa stoji, spremeni v temnejšo barvo. Antioksidant BHT se pokaže kot rumen madež s temnim robom šele 10 minut po škropljenju. Madeži BHT so obstojni dalj časa.

Zmes antioksidantov kromatografiramo v dveh smereh: prvi dan se vrši kromatografija v eni smeri in kromatogram nato suši, drugi dan pa v drugi smeri.

Tako dosežemo fiksiranje galatov, BHA in BHT pa sta šla v drugo smer, kar omogoča njuno izločanje iz galatov.



Slika 2. Kromatogram zmesi antioksidantov v etanolu 1-BHA, 2-BHT, 3-DG, 4-OG, 5-PG

1.2.17 Razlikovanje rastlinskih in živalskih maščob - Bömerjeva in Fitsterolova acetatna metoda

Reagenti:

1. 1 %-na raztopina digitonina v etanolu;
2. 200 g kalijevega hidroksida raztopimo v 70 %-nem etanolu in dopolnimo do 1 litra;
3. 25 %-na solna kislina;
4. Kloroform;
5. Anhidrid očetne kisline;
6. 50 %-ni etanol;
7. Absolutni etanol.

Postopek

1) Izločanje sterina z digitoninom

V pokriti čaši ali buči, ki drži 500 ml, saponificiramo 50 g masti ali olja s 100 ml etanolnega kalijevega hidroksida. Saponificiramo v kipeči vodni kopeli s pogostim mešanjem v teku 30 minut. Po končani saponifikaciji, kar spoznamo po tem, da na površini ne plavajo mastne kapljice, razredčimo raztopino z enako prostornino vroče vode. Nato dodamo 50 ml 25 %-ne solne kisline, da sprostimo iz mila maščobne kisline. Segrevanje nadaljujemo dokler se maščobne kisline ne zberejo na površini, v obliki oljne plasti. Nato še vroče filtriramo skozi lij za vročo filtracijo in skozi gost in gladek filtrirni papir. Da bi preprečili prehajanje motne tekočine, nalijemo najprej do polovice filtra vročo vodo, ko pa ta odteče, dolijemo tekočino z maščobnimi kislinami. Ko je vodna plast odtekla, prebodemo filter s stekleno palčko, maščobne raztopljene kisline pa filtriramo skozi drugi suhi filter, spet v lij za segrevanje in čašah, ki drže 200 ml. Prefiltrirane maščobne kisline morajo biti bistre. Nato jih segrejemo pri 70 °C ter pri tem ob mešanju s palčko dodamo v tankem curku 25 ml 1 %-ne etanolne raztopine digitonina. Temperatura zmesi v vodni kopeli je ves čas 70 °C; zmes od časa do časa premešamo. Takoj ali po določenem času se digitonin-steridi sesedejo. Če se v 1 uri še niso sesedli šteje, da je bil poskus na fitosterin negativen oziroma da rastlinsko olje ni prisotno. Če je nastala usedlina, dodamo po 1 uri še vedno topli zmesi 20 ml kloroforma in takoj filtriramo skozi mali in predhodno segreti Büchnerjev lij z gostim filtrirnim papirjem ali skozi lonček s porozno ploščico (ki je pred tem segret). Sesedek takrat izperemo s 5 do 10 ml toplega kloroforma in nato nekajkrat z etrom. Filter z usedlino sušimo 10 minut na 100 °C in

ponovno izperemo z etrom, da popolnoma odstranimo še eventualne ostanke maščobnih kislin. Nato ponovno sušimo na 100 °C.

2) Dokazovanje fitosterina

Digitonin-steridi so na filtru v obliki kot papir tanke plasti. Posnamemo jih s filtra, prenesemo v epruveto, v katero smo dali glede na njihovo količino 3 do 5 ml anhidrida očetne kisline. V epruveto damo cev za hlajenje in segrevamo, da raztopina vre 10 minut. Nato dodamo še v vročo raztopino štirikratno količino 50 %-nega etanola in hladimo tako da damo epruveto v hladno vodo. Po 15 minutah filtriramo sterinacetat skozi mali filter in nekajkrat izperemo s 50 %-nim etanolom. Izprano usedlino na filtru raztopimo v majhni količini etra, ki jo prefiltriramo v majhno stekleno skledico kjer izhlapi in postane suha. Suhi ostanek raztopimo v 1 ml vročega absolutnega etanola. Ko se shladi, prefiltriramo sesedene kristale z vsesavanjem skozi mali filter, po možnosti s platinastim stožcem, ki ima na vrhu veliko število majhnih luknjic. Filtriramo lahko tudi skozi mali (mikro) filtrirni lonček. Sesedene kristale prekristaliziramo na enak način še dva ali trikrat. Po tretji kristalizaciji damo kristalno kašo na krožnik iz neglaziranega porcelana, pritisnemo s filtrirnim papirjem, da se posuši in vsakokrat določimo tališče na ustaljen način. Če se kristali (fitosterin-acetat) pri 116 °C (korig.) še ne topijo, lahko računamo, da so bile v preiskovani masti rastlinske maščobe, če pa se topijo pri 117 °C (korig.) ali višji temperaturi, je dodatek rastlinskih maščob dokazan ker se sterini živalskih maščob topijo pod označeno temperaturo.

Kristalizacijo fitosterinov opravimo lažje takole:

Posušeni fitosterin acetat raztopimo v čim manjši količini vročega absolutnega etanola. Nato dodamo 2 kapljici vode, če pa se raztopina skali, jo segrejemo, da bi se zbistрила. Nato ob stalnem mešanju s stekleno palčko snov kristalizira. Kristali se zbirajo na majhnem gladkem filtru, nato jih dvakrat izperemo z hladnim absolutnim etanolom, sušimo 30 minut na 100 °C in nato določimo tališče. Če je bilo prvo tališče pod 117 °C, se kristali ponovno kristalizirajo iz absolutnega etanola in spet določimo tališče.

Živalske maščobe vsebujejo 0,1 do 0,5, ribja olja do 2 % holesterola medtem ko rastlinske maščobe vsebujejo 0,1 do 1,2 % fitosterina.

Pripomba Holesterol-acetat se topi pri 114,3 °C (korig.) tališče fitosterinacetata pa je najmanj za 10 °C višje, npr. acetat stigmasterina se topi pri 141 °C, sterin-acetat iz kokosove masti pri 129 °C, iz lanenega olja pa pri 129,8 °C. Če je zadnja frakcija kristala pri 116 °C popolnoma bistro raztopljen, gre za čisti holesterol. To pomeni, da je preiskovana mast živalskega izvora, brez primesi rastlinskih maščob.

Če je med določanjem tališča stebriček živega srebra v toplomeru izven tekočine za segrevanje, je treba opraviti popravek temperature tako, kot je opisano pri določanju tališča masti.

Uporabljeni digitonin moramo pred prvo uporabo kontrolirati tako da napravimo poskus s 50 g živalske maščobe, ki ji dodamo 2 g rastlinskega olja. S tem poskusom moramo dobiti sterinacetate s tališčem nad 116 °C.

DRUGI DRŽAVNI ORGANI IN ORGANIZACIJE

4000. Spremembe in dopolnitve pravil igre na srečo »POLO«

Na podlagi zakona o igrah na srečo (Uradni list RS, št. 27/95 in 85/01), ter drugega odstavka 7. člena poslovnika o delu uprave družbe Športna loterija in igre na srečo d. d. Ljubljana, Dunajska 22, je uprava družbe na seji dne 11. 8. 2003 sprejela

SPREMEMBE IN DOPOLNITVE PRAVIL igre na srečo »POLO«

1. člen

V pravilih igre na srečo »POLO«, ki jih je sprejela uprava družbe Športna loterija in igre na srečo d. d. dne 3. 10. 2002, se v 1. členu besedilo »Športna loterija d. d., Cigaletova 15/I, Ljubljana« nadomesti z besedilom »Športna loterija d. d., Dunajska 22, Ljubljana«.

2. člen

V 4. členu se pri točki 1. TOČNO ZAPOREDJE dodata novi šesta in sedma alineji, ki glasita:

- »– pravilno zaporedje tisočice v štirimestnem številu – dobi- tek TOČNA PRVA,
- pravilno zaporedje enice v štirimestnem številu – dobi- tek TOČNA ZADNJA.«

3. člen

Prvi stavek 10. člena se spremeni tako, da glasi:

»Žrebanje poteka vsak dan od ponedeljka do petka, razen praznikov ob 12. uri.«

4. člen

V 11. členu se pri točki 1. TOČNO ZAPOREDJE dodata novi vrsti, ki glasita:

- »TOČNA PRVA
- pravilna napoved zaporedja tisočice v štirimestnem številu
- primer 1XXX,
- TOČNA ZADNJA
- pravilna napoved zaporedja enice v štirimestnem številu –
- primer XXX4.«

Na koncu drugega odstavka se doda nov stavek, ki glasi:

»Če je udeleženec pri točnem zaporedju pravilno napovedal »točna prva« in »točna zadnja«, mu pripada dobiček iz obeh vrst dobitka.«

5. člen

12. člen se spremeni tako, da se glasi:

»Celoten sklad za dobitke je najmanj 45 odstotkov od vrednosti prejetih vplačil za napovedi Točno zaporedje in napovedi Mešano zaporedje za posamezni krog. Posamezne vrednosti do-

bitkov po vrstah napovedi prireditelj določi glede na vrednost vplačil za posamezen krog in vrednosti prenosov za POLO dobiček iz preteklega kroga. Vrednosti ostalih vrst dobitkov se izračuna po principu totalizatorja, medsebojna razmerja pa so določena:

– dobiček PRVE TRI	– 1/3
– dobiček ZADNJE TRI	– 1/3
– dobiček PRVI DVE	– 1/30
– dobiček ZADNJI DVE	– 1/30
– dobiček TOČNA PRVA	– 1/150
– dobiček TOČNA ZADNJA	– 1/150
– dobiček MEŠANE ŠTIRI	– 1/1
– dobiček MEŠANE PRVE TRI	– 1/18
– dobiček MEŠANE ZADNJE TRI	– 1/18
– dobiček MEŠANI PRVI DVE	– 1/60
– dobiček MEŠANI ZADNJI DVE	– 1/60.

Če v posameznem krogu ni bil izžreban POLO dobiček, se znesek za to vrsto napovedi prenese v prvi naslednji krog za POLO dobiček. Vrednost posameznega dobitka POLO lahko znaša največ 1.000.000 SIT. Če sklad za POLO dobiček presega 1.000.000 SIT, se znesek nad tem skladom prenese na ostale vrste dobitkov tega kroga. Za POLO dobiček se določi največ 50% skupnega sklada za dobitke tekočega kroga

Skladu za dobitke v posameznem krogu so lahko dodani zneski iz neizplačanih dobitkov.

Zneski za vse dobitke, razen za POLO dobiček in dobiček nad zneskom, pri katerem je potrebno obračunati davek na dobiček od iger na srečo, prireditelj zaokrožuje navzdol na desetice. Razlika do sklada za dobitke se prenese v POLO dobiček tekočega kroga.«

6. člen

Te spremembe in dopolnitve pravil začnejo veljati z dnem, ko jih potrdi nadzorni organ, uporabljati pa se začnejo 30 dan po objavi v Uradnem listu Republike Slovenije.

Št. 183-1/03

Ljubljana, dne 26. avgusta 2003.

Janez Bukovnik l. r.
direktor družbe

Športna loterija in igre na srečo d. d. prireja klasično igro na srečo z imenom »POLO« na podlagi koncesije, ki ji jo je dodelila Vlada Republike Slovenije s svojim sklepom številka 473-01/2001-23 dne 26. 8. 2002.

Ministrstvo za finance – Urad RS za nadzor prirejanja iger na srečo je te spremembe in dopolnitve pravil igre na srečo »POLO« potrdilo pod številko 471-212-17/03 dne 22. 8. 2003.

VSEBINA

MINISTRSTVA

3999. Pravilnik o metodah in postopkih ugotavljanja skladnosti kmetijskih pridelkov oziroma živil 12309

DRUGI DRŽAVNI ORGANI IN ORGANIZACIJE

4000. Spremembe in dopolnitve pravil igre na srečo »POLO« 12692

ISSN 1318-0576



917713181057017

Izdajatelj Služba Vlade RS za zakonodajo – Direktorica Ksenija Mihovar Globokar – Založnik Uradni list RS d.o.o. – Direktorica in odgovorna urednica Erika Trojer – Priprava Uradni list RS d.o.o. – Tisk Tiskarna SET, d.d., Vevče – Akontacija naročnine za leto 2003 je 24.000 SIT (brez davka), pri ceni posameznega Uradnega lista RS je vračunan 8,5% DDV – Naročnina za tujino je 66.000 SIT – Reklamacije se upoštevajo le mesec dni po izidu vsake številke – Uredništvo in uprava Ljubljana, Slovenska 9 – Poštni predal 379 – Telefon tajništvo 425 14 19, računovodstvo 200 18 60, naročnine 425 23 57, telefaks 200 18 25, prodaja 200 18 38, preklici 425 02 94, telefaks 425 14 18, uredništvo 425 73 08, uredništvo (javni razpisi ...) 200 18 66, uredništvo – telefaks 425 01 99 – Internet <http://www.uradni-list.si> – uredništvo e-pošta: objave@uradni-list.si – Transakcijski račun 02922-0011569767 – Poština plačana pri pošti 1102 Ljubljana