

## 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 izvornem 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 izvornih 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 vzeti 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 vzeti 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 odstopek 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 stehamo. 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 stehant 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 stehamo 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 lijca 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 1g 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 dvovalentni ion bakra ( $\text{CuSO}_4$ ) iz Fehlingove raztopine reducira v enovalentni ion bakra v bakrovem (I) oksidu ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ), 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 ( $\text{NaOH}$ ) v merilni, 1000 ml, bučki in do oznake dopolnimo z destilirano vodo,
- 5) raztopino natrijevega hidroksida: ( $\text{NaOH}$ ) = 1 mol/l,
- 6) 25 % (m/m) koncentrirano raztopino klorovodikove kisline ( $\text{HCl}$ ),
- 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: Izločeno usedlino Cu<sub>2</sub>O filtriramo skozi opran, posušen in stehšan 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 Cu<sub>2</sub>O hladimo 30 min v eksikatorju in stehamo z natančnostjo na štiri decimalke.

Na podlagi mase Cu<sub>2</sub>O 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 Cu<sub>2</sub>O, dobljenim po tabeli 3,

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

Tabela 3. Tabela za izračunavanje invertnega sladkorja

Bakrov (I) oksid (Cu <sub>2</sub> 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  $\text{SO}_2$ , 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 reagentna:

- 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, porabljenega 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 reagentne:

- 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 ( $\text{NH}_4$ ) s koncentracijo 25 % (m/m);
- 3) klorovodikovo kislino ( $\text{HCl}$ ), 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 ( $\text{NH}_4$ ) 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  $100 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- 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 ( $\text{HgCl}_2$ ) in 30 g natrijevega klorida ( $\text{NaCl}$ ) 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 ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) 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 - stehtana 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.