

**METODE VZORČENJA TER FIZIKALNO-KEMIJSKE ANALIZE
KAKAVOVIH ZRN, KAKAVOVIH IZDELKOV, ČOKOLADI PODOBNIH
IZDELKOV, BONBONSKIH IZDELKOV, KREMNIH IZDELKOV, KEKSOV
IN KEKSOM SORODNIH IZDELKOV**

**1. METODE VZORČENJA KAKAVOVIH ZRN, KAKAVOVIH 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 vzeti 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, vzeti 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 vzeti 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 pritrudi 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 vzeti vzorcev se določi na podlagi tabele 2.

Tabela 2. Jemanje vzorcev v izvornem pakiranju.

Izdelek	Količina, od katere se vzame vzorec	Število vzeti 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 preliva.

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 ± 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, opravil, 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 ± 0,1 mg. Dodamo 10 g zdrobljenega vzorca in tehtamo na analitski tehtnici z natančnostjo ± 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:

a) za refraktometer s skalo za odčitavanje odstotka suhe snovi - po tabeli 3;

b) 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

a) 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).

b) 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

a) Vrednost korekcije, ki se odšteje

Temperatura °C	Količina suhe snovi v % (m/m)									
	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 decimalama.

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, 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.

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, 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.

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 ($\frac{1}{2}$ H₂SO₄) = 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 pufera: v merilno bučko s prostornino 1000 ml odtehamo 21,008 g monohidrata citronske kisline (C₆H₈O₇ · H₂O) 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 pufera konzerviramo z 10 mg živosrebrovega jodida (HgJ₂).

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, 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.

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, aluminjsko 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 močnejše 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, 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.

2.2.8 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 stehamo.

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 prijemale 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 vzorednih določanj, ki ju je vzoredno 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 sthamo 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.

Odtehanemu 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 sthali 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 sthamo 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, 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.

2.2.10 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

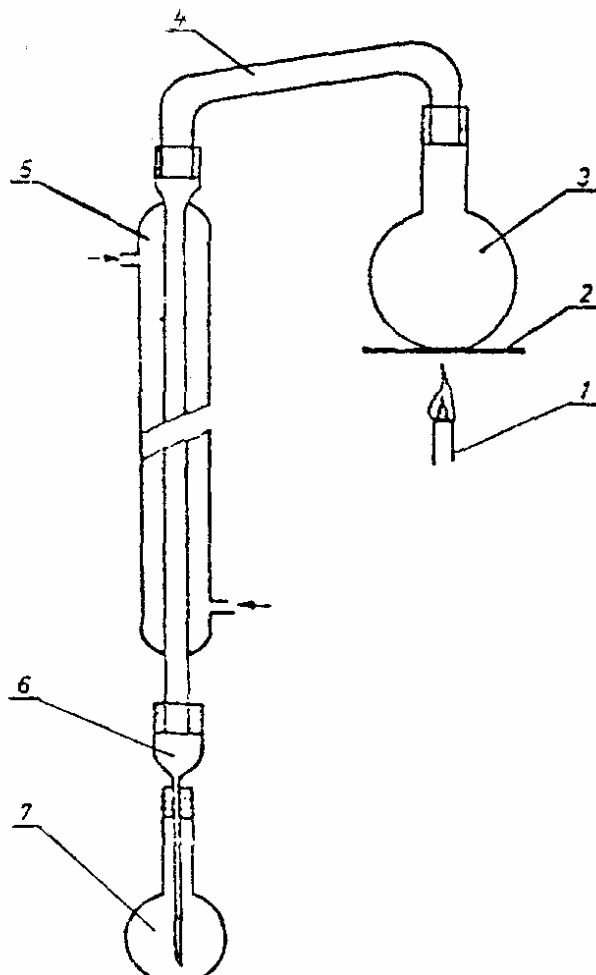
S številom maslene kisline (MŠ) je mišljena prostornina raztopine natrijevega hidroksida v ml, potrebna za nevtralizacijo hlapnih maščobnih kislin, ki so topne v žveplovni kislini, nasičeni s kalijevim sulfatom in kaprilno kislino, v 5 g maščobe.

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 (nehidrirane 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 stehamo. 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 noževno konico infuzorijske zemlje. Bučko za 5 min ponovno postavimo v vodno kopel, segreto na 20 °C, močno stresamo 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):

$$\text{a) } M\check{S} = \frac{(a - b) \cdot F \cdot 1,4 \cdot 500}{c}$$

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:

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;

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) glicerini (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 stehtamo. 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, opravi, 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 zbistrili, 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 potarimetra 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 nekorigirano 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, nekorigirana, 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, nekorigirane, 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, nekorigirane 45,35 %;

$$y = 102,5 - (0,8 + 39,0 + 45,35)$$

$$y = 17,35$$

$$V = \frac{1000 - (1,02 \cdot 39,0) + (0,8 \cdot 17,35)}{1000}$$

$$V = 0,946$$

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). Neparabljeno 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 pripravljene 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 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 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 $55 \text{ }^\circ\text{C}$). 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 ($60 \text{ }^\circ\text{C}$). 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 ($c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$) 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 izopentanola, da bi preprečili penjenje.

Primer izračunavanja

a) Naravni invert:

slepi poskus = 24,90 ml $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

poskus = 14,70 ml $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

$F(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1,0000$

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 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

poskus = 8,30 ml $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

$F(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1,0000$

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 $800\text{ }^\circ\text{C}$;
- 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 reduciranih kakovostnih 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, opravih, 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

$$C = \frac{7,10 \cdot 0,129 \cdot 10}{2,0597} \cdot 100 = 445 \text{ mg/100 g}$$

$$V = 7,10 \text{ ml}$$

$$E = 0,129 \text{ mg/ml}$$

$$c = 2,0597 \text{ g}$$

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.

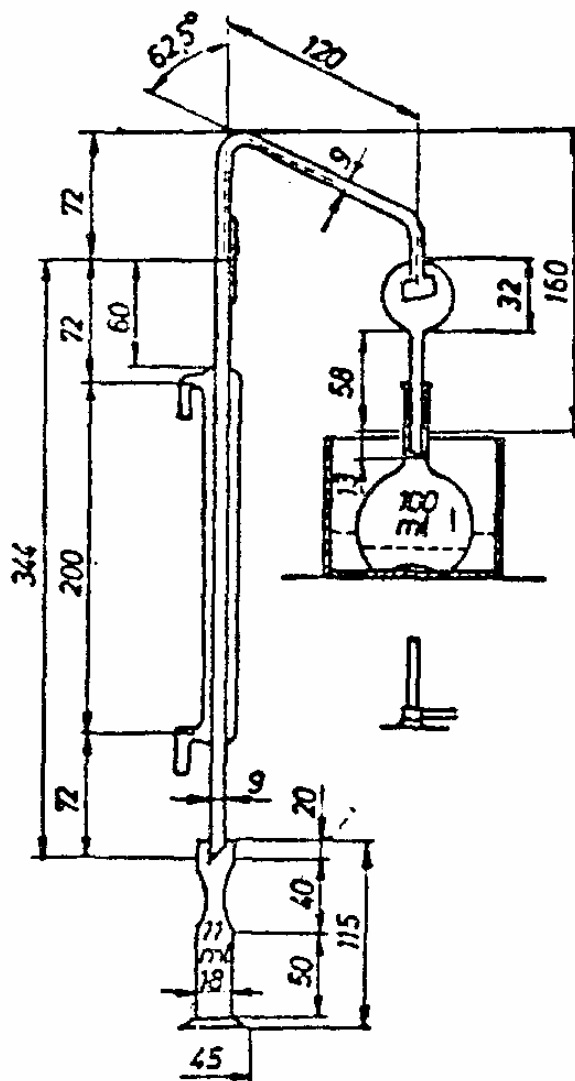
Merilno bučko med destilacijo potopimo v posodo s hladno vodo.

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 destilatoma. Nato posodo do oznake dopolnimo z destilatoma 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 destilatoma 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, opravi, 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, opravi, 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.

Postopek

Ekstrakcija 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 alkaloidne 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

$$A_{272} = 0,547$$

$$A_{306} = 0,027$$

$$A = 3,1000 \text{ g}$$

$$V = 5 \text{ ml}$$

$$T = \frac{17,7 \cdot (0,547 - 0,027)}{3,1000 \cdot 5} = 0,95$$

$$T = 0,56 \% \text{ teobromina}$$

Določanje suhih in nemaščobnih kakavovih delcev

Da bi v vzorcu kakavovega izdelka določili suhe in nemaščobne kakavove delce, moramo določiti celotne alkaloidne 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 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 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, 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.

2.2.19 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 živosrebno svetilko.

Če uporabljamo živosrebno 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 ustrežno 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

$$d = 13,5^\circ$$

$$A = 182,7^\circ$$

$$l = 2 \text{ dm}$$

$$c = 5,00 \mu\text{g}$$

$$\text{škrob (\%)} = \frac{100 \cdot 13,5 \cdot 100}{2 \cdot 182,7 \cdot 5,00} = 73,90 \%$$

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 mehničnem 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 $\pm 0,1 \text{ mg}$;
- 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ do konstantne mase). Dodamo 50 ml tople destilirane vode s temperaturo od 40 do $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$; 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 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.

2.2.21 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, vzetega 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, 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.

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 (vavonska) - 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 vrvica, 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	ρ	Etanol prostornina		
8	0,11	0,13	0,11		% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
7	0,16	0,20	0,16	8	2,28	2,88	2,27
6	0,21	0,27	0,21	7	2,34	2,95	2,33
5	0,27	0,34	0,27	6	2,40	3,02	2,38
4	0,32	0,40	0,32	5	2,45	3,09	2,44
3	0,37	0,47	0,37	4	2,50	3,16	2,49
2	0,43	0,54	0,43	3	2,56	3,23	2,55
1	0,48	0,61	0,48	2	2,62	3,30	2,61
0	0,53	0,67	0,53	1	2,68	3,37	2,66
0,9989	0,59	0,74	0,58	0	2,73	3,44	2,72
8	0,64	0,81	0,64	0,9949	2,79	3,52	2,78
7	0,70	0,88	0,69	8	2,85	3,59	2,83
6	0,75	0,94	0,74	7	2,91	3,66	2,89
5	0,80	1,01	0,80	6	2,97	3,73	2,94
4	0,86	1,08	0,85	5	3,02	3,80	3,00
3	0,91	1,15	0,90	4	3,08	3,87	3,06
2	0,96	1,21	0,96	3	3,14	3,95	3,12
1	1,01	1,28	1,01	2	3,20	4,02	3,17
0	1,07	1,35	1,06	1	3,26	4,10	3,23
0,9979	1,13	1,42	1,12	0	3,32	4,17	3,29
8	1,18	1,49	1,17	0,9939	3,37	4,24	3,35
7	1,24	1,56	1,23	8	3,43	4,32	3,41
6	1,29	1,62	1,28	7	3,49	4,39	3,47
5	1,34	1,69	1,34	6	3,55	4,47	3,52
4	1,40	1,76	1,39	5	3,61	4,54	3,58
3	1,45	1,83	1,45	4	3,67	4,62	3,64
2	1,51	1,90	1,50	3	3,73	4,69	3,70
1	1,56	1,97	1,55	2	3,79	4,76	3,76
0	1,62	2,04	1,61	1	3,85	4,84	3,82
0,9969	1,67	2,11	1,66	0	3,91	4,91	3,87
8	1,73	2,18	1,72	0,9929	3,97	4,99	3,93
7	1,78	2,24	1,77	8	4,03	5,06	3,99
6	1,83	2,31	1,83	7	4,09	5,14	4,14
5	1,89	2,38	1,88	6	4,15	5,21	4,11
4	1,94	2,45	1,94	5	4,21	5,29	4,17
3	2,00	2,52	1,99	4	4,27	5,36	4,23
2	2,06	2,59	2,05	3	4,34	5,44	4,29
1	2,11	2,66	2,10	2	4,40	5,51	4,35
0	2,17	2,73	2,16	1	4,46	5,59	4,41
0,9959	2,22	2,80	2,21	0	4,52	5,67	4,47

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
0,9879	7,11	8,88	7,01
8	7,18	8,96	7,07
7	7,25	9,05	7,14

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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	40,09	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	33,25
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	48,31	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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
4	44,53	52,23	41,23
3	44,27	52,27	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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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
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

ρ	Etanol prostornina		
	% m/m	% V/V	g v 100 cm ³
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