

537.

На основу члана 22. став 2. Закона о стандардизацији („Службени лист СФРЈ”, бр. 38/77 и 11/80), директор Савезног завода за стандардизацију прописује

ПРАВИЛНИК О ЈУГОСЛОВЕНСКИМ СТАНДАРДИМА ЗА ДРУМСКА ВОЗИЛА

Члан 1.

Овим правилником прописују се југословенски стандарди за друмска возила, који имају следеће називе и ознаке:

1) Друмска возила. Седла за полуприколице. Уградња	JUS M.N2.218
2) Друмска возила. Вучни чепови 50.	JUS M.N2.222
Облик, мере и уградња	JUS M.N2.223
3) Друмска возила. Вучни чепови 90.	JUS M.N2.223
Облик, мере и уградња	JUS M.N2.223

Члан 2.

Југословенски стандарди из члана 1. овог правилника чине саставни део овог правилника, а објављују се у посебном издању Савезног завода за стандардизацију.

Члан 3.

Југословенски стандарди из члана 1. овог правилника обавезни су у целини, а примењиваће се на друмска возила која се произведу, односно увезу од дана ступања на снагу овог правилника.

Члан 4.

Даном почетка примењивања овог правилника престаје да важи југословенски стандард који има следећи назив и ознаку:

Вучни чеп за полуприколице	JUS M.N2.222
----------------------------	--------------

донесен Решењем о југословенским стандардима из области друмских возила („Службени лист СФРЈ”, бр. 32/63).

Члан 5.

Овај правилник ступа на снагу осмог дана од дана објављивања у „Службеном листу СФРЈ”, а примењиваће се од 1. јануара 1988. године.

Бр. 07-93/99
7. маја 1987. године
Београд

Директор
Савезног завода за
стандардизацију,
Вукашин Драгојевић, с. р.

538.

На основу члана 32. став 1. Закона о стандардизацији („Службени лист СФРЈ”, бр. 38/77 и 11/80), у сагласности са председником Савезног комитета за пољопривреду и председником Савезног комитета за рад, здравство и социјалну заштиту, директор Савезног завода за стандардизацију прописује

ПРАВИЛНИК О МЕТОДАМА УЗИМАЊА УЗОРАКА И МЕТОДАМА ВРШЕЊА ХЕМИЈСКИХ И ФИЗИЧКИХ АНАЛИЗА КАКАО-ЗРНА, КАКАО-ПРОИЗВОДА, ПРОИЗВОДА СЛИЧНИХ ЧОКОЛАДИ, БОМБОНСКИХ ПРОИЗВОДА, КРЕМ-ПРОИЗВОДА, КЕКСА И ПРОИЗВОДА СРОДНИХ КЕКСУ

Члан 1.

Контрола квалитета какао-зрна, какао-производа, производа сличних чоколади, бомбонских производа,

крем-производа, кекса и производа сродних кексу (у даљем тексту: производи), у смислу овог правилника, врши се на узорцима узетим за испитивање, по методама које су прописане овим правилником.

Члан 2.

Под методама којима се врши контрола квалитета производа подразумевају се:

- 1) методе узимања узорака;
- 2) методе хемијских и физичких анализа.

Методе из става 1. тачка 2. овог члана одштампане су уз овај правилник и чине његов саставни део.

Члан 3.

Методама узимања узорака производа утврђују се поступак и начин узимања узорака на којима се врши контрола квалитета производа.

Члан 4.

Методама хемијских и физичких анализа утврђују се услови и поступци хемијских и физичких испитивања на узорцима производа ради проверавања хемијских и физичких својстава производа.

Члан 5.

Сви реагенси који се употребљавају за хемијске анализе производа на које се односе одредбе овог правилника морају бити прописане аналитичке чистоће, а вода мора бити дестилована.

Члан 6.

У извештају о извршеном хемијском и физичком испитивању (анализи) производа морају бити приказани резултати утврђени применом хемијских и физичких метода анализа прописаних овим правилником.

Резултати утврђени применом хемијских и физичких метода анализе, сходно одредбама овог правилника, изражавају се као средња вредност најмање два одређивања која је, паралелно или убрзо једно за другим, на истом узорку за испитивање истом методом извршио исти аналитичар и у истој лабораторији.

I. МЕТОДЕ УЗИМАЊА УЗОРАКА

Члан 7.

Узорке производа, сходно овом правилнику, мора узимати стручно лице.

Члан 8.

Узорци производа узимају се:
- у производњи - из производне партије или дела производне партије;
- у промету - из амбалажних јединица пошиљке.

Члан 9.

Узорци у производњи и промету морају се узимати тако да свака јединица може бити изабрана као узорак.

Члан 10.

Узорак производа мора представљати просечан састав целокупне количине производа од које се узима узорак.

Члан 11.

Под производном партијом (испоруком, пошиљком), у смислу овог правилника, подразумева се одговарајућа количина производа произведена истом технологијом у истим условима.

Члан 12.

Под појмом појединачни узорак производа, у смислу овог правилника, подразумева се мања количина производа узета са једног места производне партије.

Члан 13.

Више појединачних узорака из члана 12. овог правилника мора бити узето са различитих места једне производне партије.

Члан 14.

Под укупним узорком производа у расутом стању, у смислу овог правилника, подразумева се више појединачних узорака из једне производне партије, сједињених и брижљиво измешаних.

Члан 15.

Под укупним узорком производа који нису у расутом стању (оригинално упаковани), у смислу овог правилника, подразумева се више појединачних узорака узетих из једне производне партије.

Члан 16.

Под узорком за испитивање производа, у смислу овог правилника, подразумева се узорак који се добија редуковањем укупног узорака и служи за лабораторијско испитивање.

Члан 17.

Узорци производа код којих су поједини делови производне партије или пошиљке оштећени за време транспорта или неправилном манипулацијом, морају се посебно узимати и не смеју се мешати са узорцима неоштећених производа.

Члан 18.

Број узетих узорака зависи од врсте производа, његове масе или запремине и величине оригиналног паковања и утврђује се према одредбама чл. 23, 24. или 25. овог правилника.

Број узорака зависи првенствено од тога да ли се одређени производ налази у расутом стању (у великим амбалажним јединицама) или у оригиналном паковању и за сваку врсту производа узима се према одредбама чл. 23, 24. и 25. овог правилника.

Члан 19.

Прибор и амбалажа за узимање узорака (сонде, ручне лопатице, боце и друго) морају бити одговарајуће величине или запремине, чисти, суви и од материјала који не утиче на промену квалитета.

Прибор и амбалажа за узимање узорака из става 1. овог члана дати су у Листи I, која је одштампана уз овај правилник и чини његов саставни део.

На посудама или другој врсти амбалаже са узорком мора се налазити ознака са декларацијом (привесак, етикета) која се учвршћује печатним воском или пломбом да би се обезбедила оригиналност узорака и онемогућило отварање узорака без повреде и оштећења печата и самог паковања.

Наведени подаци из става 3. овог члана морају бити неизбрисиви.

Узети узорци чувају се на начин одређен прописом о квалитету какао-производа, производа сличних чоколади, бомбонских производа, крем-производа, кекса и производа сродних кексу.

Члан 20.

Приликом узимања узорака, стручно лице које узима узорак за испитивање мора сачинити записник, у који уноси податке значајне за резултате испитивања, место, услове чувања, датум и време узимања узорака, датум производње, врсту и количину производа од кога се узима узорак, број појединачно узетих узорака и количину укупно узетог узорака, као и ознаку за идентификацију партије.

Записник из става 1. овог члана потписује стручно лице које узима узорак, као и представник организације удруженог рада.

Члан 21.

Узорак за испитивање по правилу се припрема и одмах шаље на испитивање.

Изузетно до одредбе става 1. овог члана, продужење тог рока може се дозволити највише за 48 сати после узимања узорака, осим за оне производе чија је трајност краћа. Од узетих узорака за испитивање један примерак се доставља на анализу лабораторији која ће вршити испитивање, а други примерак служи за евентуалну суперанализу.

На захтев представника организације удруженог рада мора се узети и трећи идентичан примерак, који се ставља на располагање том представнику.

Члан 22.

За узимање узорака какао-зрна и какао-праха који се налази у врећама користи се сонда утврђена у пропису о југословенском стандарду за узимање узорака какао-зрна.

За узимање узорака производа који се налазе у расутом стању користи се продужена сонда наведена у Листи I, која је саставни део овог правилника.

За мешање и редуковање узорака користе се ручне лопате наведене у Листи I и „редуктор” узорака, односно поступак четвртања.

Члан 23.

За производе који се испоручују или складиште у расутом стању појединачни узорци узимају се сондом, и то:

1) из вагона, бродова, камиона и слично, зависно од количине, целом дубином слоја (из средине и са сваког угла на удаљености око 0,5 m од сваке стране превозног средства) и из три слоја (са врха, средине и дна), с тим да се узима најмање пет појединачних узорака по свакој тони какао-зрна или какао-праха;

2) из шлепова и бродова на најпогоднијим местима, у истим временским размацима, издвајањем појединачних узорака у приближно истим количинама, тако да се обезбеди узимање узорака са свих нивоа;

3) из складишта, сондирање се врши на свака 2 m с тим да се узима исти број узорака из горњег и доњег слоја – ако висина ускладиштене масе није већа од 1 m, а из горњег, средњег и доњег слоја – ако је висина ускладиштене масе већа од 1 m.

Члан 24.

За производе који су упаковани у вреће, бачве, кутије, сандуке или друге сличне велике посуде појединачни узорци узимају се с врха, из средине и са дна, у једнаким количинама, зависно од броја амбалажних јединица, што се одређује према следећој табели:

Табела 1

Величина испоруке

– До 5 амбалажних јединица	– из сваке амбалажне јединице
– Од 6 до 10 амбалажних јединица	– из сваке треће амбалажне јединице
– Од 11 до 100 амбалажних јединица	– најмање из шест амбалажних јединица
– Од 101 до 500 амбалажних јединица	– најмање из 10 амбалажних јединица
– Од 501 до 1000 амбалажних јединица	– најмање из 15 амбалажних јединица
– Од 1001 до 2000 амбалажних јединица	– најмање из 25 амбалажних јединица
– Више од 2001 амбалажних јединица	– најмање из 50 амбалажних јединица

Ако су производи из става 1. овог члана нехомогени, узимају се појединачни узорци од сваког хомогеног дела.

Члан 25.

Свако појединачно оригинално паковање производа, узето насумице из производње или промета, може бити узорак.

Број узетих узорка утврђује се на основу следеће табеле:

Табела 2

Производ	Количина од које се узима узорак	Број узетих узорка
1. За паковање масе до 1 kg	– за производе до 100 јединица – за сваких даљих 100 јединица	– од 1 до 5 узорка – још по 1 узорак
2. За паковање масе преко 1 kg	– за производе до 200 јединица – за сваких следећих 100 јединица	– од 1 до 5 узорка – још по 1 узорак

Члан 26.

Укупан узорак за производе у расутом стању или за нехомогене производе који је формиран из више појединачних узорка мора се измешати и редуковати до узорка за испитивање раздљивачем узорка или поступком четвртања.

За производе у оригиналном паковању узорак за испитивање се узима методом случајног избора.

Члан 27.

Потребна количина узорка за испитивање (за само један примерак), зависно од врсте производа, износи:

- 1) за све врсте бомбонских производа – оригинално паковање или најмање 250 g;
- 2) за све врсте чоколадних производа и производа сличних чоколади – оригинално паковање или најмање 200 g;
- 3) за какао-прах и сличне производе – оригинално паковање или најмање 200 g;
- 4) за какао-маслац – оригинално паковање или најмање 150 g;
- 5) за кекс и производе сродне кексу – оригинално паковање или најмање 500 g;
- 6) за колаче и посластице – оригинално паковање или најмање 250 g;
- 7) за крем-производе – оригинално паковање или најмање 200 g.

Члан 28.

Ако се испитује квалитет производа код којих није могуће аналитички утврдити додатке (чоколада са додацима, производи слични чоколади са додацима, желе-производи са додацима, пенасти производи са додацима, ратлук са додацима, крем са додацима, кекс и производи слични кексу са додацима) и на које се не могу применити методе прописане у члану 2. тачка 2. овог правилника контролише се утросак сировине при процесу производње. Контрола утроска сировине за производе из става 1. овог члана односи се и на:

- 1) количину додате биљне масти у какао-маслацу;
- 2) количину додатака, количину пуњења, као и количину прелива.

II. МЕТОДЕ ХЕМИЈСКИХ И ФИЗИЧКИХ АНАЛИЗА ПРОИЗВОДА

Члан 29.

Методе хемијских и физичких анализа којима се врши контрола квалитета производа обухватају:

- 1) одређивање воде сушењем под нормалним притиском;
- 2) одређивање воде у колачима под нормалним притиском;
- 3) одређивање воде сушењем под сниженим притиском;
- 4) одређивање воде у желе-производима и ратлуку – рефрактометријска метода;
- 5) одређивање пепела;
- 6) одређивање алкалитета укупног пепела;

- 7) одређивање сирових беланчевина по Кјелдалу (Kjeldahl) – комбиновани макро-микро поступак;
- 8) одређивање сирове целулозе по Киршнер-Ханаку (Kürschner-Hanack);
- 9) одређивање укупне масти по Сокслету (Soxhlet);
- 10) одређивање млечне масти;
- 11) одређивање сахарозе у какао-производима – полариметријска метода;
- 12) одређивање шећера по Луф-Шурлу (Luff-Schoorl);
- 13) (Luff-Schoorl) одређивање лактозе по Луф-Шурлу; у какао-производима, производима сличним чоколади и крем-производима;
- 14) одређивање аскорбинске киселине са 2,6 дихлор-фенол-индолфенолом;
- 15) одређивање етанола;
- 16) одређивање рН вредности – електрометријска метода;
- 17) одређивање какао-делова у какао-производима (преко количине укупних алкалоида);
- 18) одређивање киселости тврдих бомбона;
- 19) одређивање скроба по Еверсу (Ewers) – полариметријска метода;
- 20) одређивање растворљивих састојака у гуменим бомбонама;
- 21) одређивање натријум-хлорида у трајном сланом пециву по Мору (Mohr).

Члан 30.

Даном ступања на снагу овог правилника престаје да важи Правилник о методама вршења хемијских анализа какао-производа, бомбонских производа, кекса и производа сродних кексу („Службени лист СФРЈ”, бр. 1/81).

Члан 31.

Овај правилник ступа на снагу осмог дана од дана објављивања у „Службеном листу СФРЈ”.

Бр. 07-3543/1
28. августа 1986. године
Београд

Директор
Савезног завода за
стандардизацију,
Букашин Драгојевић, с. р.

МЕТОДЕ ХЕМИЈСКИХ И ФИЗИЧКИХ АНАЛИЗА

1. Одређивање воде сушењем под нормалним притиском

Принцип и примена

Вода се одређује сушењем узорка под нормалним притиском до константне масе.

Метода се примењује на какао-производе, производе сличне чоколади, крем-производе, бомбонске производе, осим желеа, ратлука и гумених бомбона, кекса и производа сродних кексу и колача.

Прибор

- Користи се следећи прибор:
- 1) сушница;
 - 2) аналитичка вага са тачношћу $\pm 0,1$ mg;
 - 3) посуде за мерење од стакла, никла или алуминијума, с поклопцем, пречника 5 cm и висине 2 cm;
 - 4) ексикатор са средством за сушење;
 - 5) кварцни песак, опран и ижарен;
 - 6) уобичајени лабораторијски прибор.
- Напомена. Песак се употребљава при одређивању воде у какао-производима, производима сличним чоколади, крем-производима и бомбонским производима.

Поступак

У посуду за мерење одмери се 20 g песка и заједно са стакленим штапићем, суши у сушници 4 h на температури

од 103 до 105 °С. После сушења посуда се поклопи, хлади 45 min у ексикатору и мери са тачношћу $\pm 0,1$ mg. Дода се 5 g уситњеног узорка и поново мери са истом тачношћу. Узорак се стакленим штапићем помеша са песком и штапић остави у посуди. Посуда са узорком суши се откривена 4 h на температури од 103 до 105 °С.

После сушења посуда се затвори, хлади у ексикатору 45 min и мери.

Поступак сушења се понавља док разлика између два мерења не буде највише 0,1%.

Израчунавање

Количина воде се изражава у процентима, а израчунава према формули:

$$V = \frac{(a-b)}{c} \cdot 100$$

где је:

- a - маса посуде са узорком пре сушења, у g;
- b - маса посуде са узорком после сушења, у g;
- c - маса узорка узетог за анализу, у g;
- V - количина воде у %.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 10% утврђене средње вредности - за производе у којима је до 18% воде ни већа од 6% утврђене средње вредности - за производе у којима је више од 18% воде (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа, поступак се мора поновити.

2. Одређивање воде у колачима под нормалним притиском

Принцип

Вода се одређује сушењем узорка под нормалним притиском до константне масе.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) посуде за мерење од стакла, никла или алуминијума пречника 6 cm и висине 2,5 cm;
- 2) остали прибор као у методи под 1.

Поступак

У посуду за мерење одмери се 20 g песка и, заједно са стакленим штапићем, суши у сушници 90 min на температури 103 °С. После сушења посуда се поклопи, хлади 45 min у ексикатору и мери на аналитичкој ваги, са тачношћу $\pm 0,1$ mg. Дода се 10 g уситњеног узорка и измери на аналитичкој ваги, са тачношћу $\pm 0,1$ mg. Помоћу стакленог штапића узорак се помеша са песком и штапић се остави у посуди. Посуда са узорком суши се откривена 90 min на температури 130 °С (време се мери од тренутка кад се постигне температура 130 °С). После сушења посуда се затвори, хлади у ексикатору 45 min и мери. Поступак сушења се понавља док разлика између два мерења не буде 0,1%.

Израчунавање

Количина воде изражава се у процентима, а израчунава по формули која је наведена у методи под 1 овог правилника.

Прецизност методе једнака је као у методи под 1 овог правилника.

3. Одређивање воде сушењем под сниженим притиском

Поступак

За одређивање воде сушењем под сниженим притиском примењује се исти поступак као у методи под 1, али при температури од 70 °С и под притиском од највише 98,66 kPa. Такав начин сушења примењује се на производе који се хемијски лако разлажу на повишеној температури.

Израчунавање

Количина воде изражава се у процентима, а израчунава по формули која је наведена у методи под 1 овог правилника.

Прецизност методе једнака је као у методи под 1 овог правилника.

4. Одређивање воде у желе-производима и ратлуку - рефрактометријска метода

Принцип

Одређивање воде у желе-производима и ратлуку заснива се на читавању процента суве материје на скали рефрактометра или на мерењу индекса рефракције испитиваног материјала, на температури 20 °С. Из разлике 100% суве материје и вредности очитане на скали рефрактометра или добијене из таблица на основу мереног индекса рефракције одређује се количина воде у процентима.

Апарати и прибор

Користе се следећи апарати и прибор:

- 1) рефрактометар са скалом за директно очитавање суве материје у процентима, градуисан на 0,5%, са могућношћу процене 0,25%, који се мора претходно баждарити дестилованом водом (на 20 °С је 0% суве материје) или рефрактометар са скалом за мерење индекса рефракције градуисан на 0,001, с могућношћу процене до 0,002, који се претходно мора баждарити дестилованом водом (на 20 °С индекс рефракције дестиловане воде је 1,3330);
- 2) уређај за циркулацију воде (ултратермостат), који одржава константну температуру призми рефрактометра од 20 °С, са тачношћу $\pm 0,5$ °С.

Припремање узорка

Са лабораторијског узорка ратлука или желе-производа пажљиво се ножем скине површински слој шећера. На тај начин добија се исправан узорак масе ратлука или желе-производа за испитивање.

Поступак

Мала количина припремљеног узорка стави се стакленим штапићем са гуменим врхом на доњу призму рефрактометра. Призме се затворе и кроз отвор горње призме провери се да ли је узорак равномерно распоређен и без мехурића ваздуха. Ако је потребно, узорак се може повећати, али не сме излазити ван призме.

После изједначавања температуре узорка са температуром призми (1 до 2 min), очита се, зависно од врсте рефрактометра, процент суве материје или индекс рефракције.

Корекције

Ако је одређивање вршено на температури вишој или нижој од 20 °С, следи следећа корекција:

- а) за рефрактометар са скалом за очитавање процента суве материје - према табели 1;
- б) за рефрактометар са скалом за очитавање индекса рефракције - према формули 1:

$$1) n_D^{20} = n_D^t + 0,00013 (t - 20)$$

где је:

t - температура мерења, у °С.

Израчунавање

а) За рефрактометар са скалом на којој се очитава процент суве материје, процент воде се израчунава према формули 2;

$$2) V = 100 - Sm$$

где је:

V - процент воде, у %;

Sm - сува материја, у % (m/m).
 б) За рефрактометар са скалом на којој се читава индекс рефракције процент воде израчунава се на следећи начин:

У табели 2 чита се процент суве материје који одговара читаној вредности индекса рефракције, а који је, ако је било потребно, коригован, према формули 1. Процент воде израчунава се као под а).

Табела 1

КОРЕКЦИЈА ЗА РЕФРАКТОМЕТАР РАДНЕ TEMПЕРАТУРЕ 20 °C

а) Вредност корекције која се одузима

Температура °C	Количина суве материје, % (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

б) Вредност корекције која се додаје

Температура °C	Количина суве материје, у % (m/m)									
	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

Табела 2

ОДНОС ВРЕДНОСТИ ИНДЕКСА РЕФРАКЦИЈЕ И ПРОЦЕНТА СУВЕ МАТЕРИЈЕ

Индекс рефракције материја 20 n _D	Сува материја, у % (m/m)	Индекс рефракције 20 n _D	Сува материја, у % (m/m)	Индекс рефракције 20 n _D	Сува материја, у % (m/m)	Индекс рефракције 20 n _D	Сува материја, у % (m/m)
1,3330	0	1,3672	22	1,4076	44	1,4558	66
1,3344	1	1,3689	23	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		

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања сходно члану 6. ставу 2. овог правилника не сме бити већа од 6% утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа, поступак се мора поновити.

5. Одређивање пепела

Дефиниција

Под пепелом се подразумева неоргански остатак после спаљивања узорка.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) посуда за спаљивање: платинска, кварцна или порцуланска, запремине од 25 до 50 ml;
- 2) муфолна пећ за спаљивање, са терморегулатором;
- 3) аналитичка вага са тачношћу $\pm 0,1$ mg;
- 4) ексикатор са средством за сушење;
- 5) водено купатило;
- 6) филтрир-папир, без пепела, пречника 9 cm (Schleicher und Schüll n° 589 или одговарајући);
- 7) сушница;
- 8) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенс

Као реагенс се користи:

- 1) етанол, 96%-ни (V/V).

а) Одређивање укупног пепела

Поступак

У посуду која је претходно жарена и измерена заједно са сахатним стаклом одмери се 5 g фино уситњеног узорка, са тачношћу $\pm 0,1$ mg. Узорак се затим опрезно спаљује у муфолној пећи, постепеним повећавањем температуре на 550 до 600 °C, уз слабо струјање ваздуха.

Спаљивање је завршено кад неоргански остатак постане потпуно бели прах (пепео), што траје 3 h. Ако и после тога пепео није бео, охлади се и навлажи са неколико капи 96%-ног етанола, који испари на воденом купатилу и пепео се поново спаљује 30 min на температури од 550 до 600 °C.

Посуда се затим покрије сахатним стаклом, хлади 30 min у ексикатору и мери.

Резултат се изражава са две децимале.

Израчунавање

1) Количина укупног пепела изражава се у процентима, а израчунава се по формули:

$$\text{укупни пепео (\%)} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

где је:

a – маса укупног пепела (разлика масе посуде с остатком после спаљивања и празне посуде), у g;

c – маса узорка узетог за анализу, у g.

2) количина укупног пепела, без воде, масти и шећера изражава се у процентима, а израчунава се по формули:

$$\text{укупни пепео (\%)} = \frac{a \cdot 100}{c \cdot (100 - (v + m + \xi))} \cdot 100$$

где је:

a – маса укупног пепела (разлика масе посуде с остатком после спаљивања и празне посуде), у g;

c – маса узорка узетог за анализу, у g;

v – количина воде у испитиваном узорку, у %;

m – количина масти у испитиваном узорку, у %;

\xi – количина шећера у испитиваном узорку, у %.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

б) Одређивање пепела растворљивог у води

Поступак

Добијени укупни пепео помеша се са 10 ml вруће дестиловане воде и добијена суспензија филтрира се кроз филтрир-папир без пепела (пречника 9 cm) у посуду за спаљивање, која је претходно жарена и мерена заједно са сахатним стаклом.

Филтрир-папир с нерастворљивим остатком испере се три до четири пута са по 10 ml вруће дестиловане воде, тако да се добије 50 ml филтрата. Остатак на филтрир-папиру служи за одређивање алкалитета пепела нерастворљивог у води или за одређивање пепела нерастворљивог у хлороводоничној киселини. Филтрат се даље упарава на воденом купатилу до сувог остатка, суши најмање 30 min на температури од 103 до 105 °C и спаљује 30 min у муфолној пећи на температури од 550 до 600 °C. После спаљивања посуда се покрије сахатним стаклом и хлади 30 min у ексикатору, а затим мери.

Резултат се изражава са две децимале.

Израчунавање

1) Количина пепела растворљивог у води изражава се у процентима, а израчунава се према формули:

$$\text{пепео растворљив у води, (\%)} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

где је:

a – маса пепела растворљивог у води (разлика између масе посуде с остатком после спаљивања и празне посуде), у g;

c – маса узорка узетог за анализу, у g.

2) Количина пепела растворљивог у води изражава се у процентима (без воде, масти и шећера), а израчунава се према формули:

$$\text{пепео растворљив у води, \%} = \frac{a \cdot 100}{c \cdot (100 - (v + m + \xi))} \cdot 100$$

где је:

a – маса пепела растворљивог у води (разлика између масе посуде с остатком после спаљивања и празне посуде), у g;

c – маса узорка узетог за анализу, у g;

v – количина воде у испитиваном узорку, у %;

m – количина масти у испитиваном узорку, у %;

\xi – количина шећера у испитиваном узорку, у %.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 6% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 6%, поступак се мора поновити.

в) Одређивање пепела нерастворљивог у води

Пепео нерастворљив у води добија се из разлике укупног пепела и пепела растворљивог у води.

г) Одређивање пепела нерастворљивог у хлороводоничној киселини

Реагенси

Као реагенси се користе:

1) раствор хлороводоничне киселине,

c(HCl) = 4 mol/l;

2) раствор сребро-нитрата, c(AgNO₃) = 0,1 mol/l.

Поступак

Укупни пепео или пепео нерастворљив у води помеша се са 25 ml раствора хлороводоничне киселине и загре-

ва на воденом купатилу 15 min. Добијена суспензија филтрира се кроз филтрир-папир без пепела. Посуде и филтрир-папир исперу се врућом дестилованом водом до негативне реакције на хлориде са раствором сребро-нитрата.

Остатак са филтрир-папира суши се 30 min у посуди за спаљивање (која је пре тога жарена и мерена са сахатним стаклом) при температури од 103 до 105 °C, а затим 30 min спаљује на температури од 550 до 600 °C.

После спаљивања, посуда се покрије сахатним стаклом, хлади у ексикатору 30 min у мери на аналитичкој ваги с тачношћу ± 0,1 mg.

Резултат се изражава са две децимале.

Израчунавање

Количина пепела нерастворљивог у хлороводоничној киселини изражава се у процентима, а израчунава се према формули:

$$\text{пепео нерастворљив у хлороводоничној киселини, (\%)} = \frac{a \cdot 100}{c \cdot 100 - (m + v + \xi)} 100$$

где је:

а - маса пепела нерастворљивог у хлороводоничној киселини (разлика масе посуде с остатком после спаљивања и празна посуда), у g;

с - маса узорка узетог за анализу, у g;

v - количина воде у испитиваном узорку, у %;

m - количина масти у испитиваном узорку, у %.

ξ - количина шећера у испитиваном узорку, у %.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 6% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 6%, поступак се мора поновити.

6. Одређивање алкалитета пепела

а) Одређивање алкалитета укупног пепела

Дефиниција

Под алкалитетом укупног пепела подразумева се запремина (у ml) натријум-хидроксида, с (NaOH) = 1 mol/1 еквивалентна маси алкалних материја у пепелу добијеном из 100 g суве материје узорка без масти и шећера.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) ерленмајер-тиквица запремине 300 ml;
- 2) пипете, трбушасте, запремине 10 ml и 20 ml;
- 3) бирета, запремине 50 ml;
- 4) аналитичка вага с тачношћу ± 0,1 mg;
- 5) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

1) раствор хлороводоничне киселине, с (HCl) = 0,5 mol/1 или раствор сумпорне киселине, с ($\frac{1}{2}$ H₂SO₄) = 0,5 mol/1;

2) раствор натријум-хидроксида, с (NaOH) = 0,1 mol/1;

3) раствор индикатора бром-крезол-зелено.

Одмери се 0,75 g индикатора у праху и раствори са 100 ml 96%-ног (V/V) етанола;

4) пуферни раствор рН вредности 4,5 на температури од 20 °C.

Раствор натријум-цитрата за припремање пуфера: у одмерну тиквицу запремине 1000 ml одмери се 21,008 g монохидрата лимунске киселине (C₆H₈O₇·H₂O), раствори са 200 ml раствора натријум-хидроксида и до ознаке допуни дестилованом водом.

У 719 ml раствора натријум-цитрата дода са 281 ml хлороводоничне киселине у одмерној тиквици запремине 1000 ml. Раствор пуфера конзервише се са 10 mg живиног јодида (HgJ₂).

Поступак

Укупни пепео, добијен по методи Одређивање укупног пепела из овог правилника, квантитативно се пренесе помоћу вруће дестиловане воде у ерленмајер-тиквицу запремине 300 ml. Укупна запремина суспензије пепела треба да износи од 25 до 30 ml. Суспензији се дода тачно 20 ml раствора хлороводоничне киселине или 20 ml раствора сумпорне киселине. Тиквица се затим греје на врелом воденом купатилу 15 min (више пута се промеша). Врућа суспензија се филтрира кроз наборани филтрир-папир, који се испере врућом дестилованом водом до неутралне реакције са индикатор-папиром.

После хлађења, филтрату се додају две капи раствора бром-крезол-зеленог и титрира раствором натријум-хидроксида до промене боје у зелено.

Са истом запремином дестиловане воде истовремено се ради слепа проба, дода се 20 ml хлороводоничне киселине или раствора сумпорне киселине, затим две капи раствора индикатора бром-крезол-зеленог и титрира раствором натријум-хидроксида до промене боје у зелено.

При тим титрацијама обавезно је направити пробу са 20 ml раствора пуфера рН вредности 4,5 и две капи раствора бром-крезол-зеленог ради упоређивања прелаза боје.

Израчунавање

Алкалитет укупног пепела израчунава се по следећој формули:

$$\text{алкалитет укупног пепела} = \frac{1000 \cdot (b - a) \cdot F}{c \cdot (100 - (v + m + \xi))}$$

где је:

а - утрошена запремина раствора натријум-хидроксида, у ml;

б - утрошена запремина раствора натријум-хидроксида за слепу пробу, у ml;

с - маса узорка узетог за анализу, у g;

v - количина воде у испитиваном узорку, у %;

m - количина масти у испитиваном узорку, у %;

ξ - количина шећера у испитиваном узорку, у %;

F - фактор корекције концентрације.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 6% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 6%, поступак се мора поновити:

б) Одређивање алкалитета пепела растворљивог у води

Дефиниција

Под алкалитетом пепела растворљивог у води подразумева се запремина натријум-хидроксида, у ml, еквивалентна маси алкалних материја које су растворљиве у врућој дестилованој води, а садржи их пепео добијен из 100 g суве материје узорка без масти и шећера.

Прибор и реагенси

Користе се исти прибор и реагенси као у методи Одређивање алкалитета укупног пепела.

Поступак

Филтрату који је добијен по методи Одређивање пепела растворљивог у води из овог правилника дода се тачно 10 ml раствора хлороводоничне киселине или 10 ml раствора сумпорне киселине.

Тиквица се греје на врелом воденом купатилу 10 min, охлади се, додају се две капи раствора индикатора бром-

-крезол-зеленог и титрира раствором натријум-хидроксида до промене боје у зелено.

Са истом запремином дестилване воде истовремено се ради слепа проба, дода се 10 ml раствора хлороводоничне киселине или 10 ml раствора сумпорне киселине, а затим две капи раствора индикатора бром-крезол-зеленог и титрира раствором натријум-хидроксида до промене боје у зелено.

Обавезно је да се припреми проба са 10 ml раствора пуфера рН вредности 4,5 и две капи индикатор-раствора бром-крезол-зеленог, ради упоређивања прелаза боје.

Израчунавање

Поступак израчунавања је исти као у методи Одређивање алкалитета укупног пепела из овог правилника.

Ако се жели да се алкалитет изрази као процент безводног калијум-карбоната (нпр. алкалитет какао-праха), израчунава се према формули:

$$\text{алкалитет (\% безв. } \cdot \text{K}_2\text{CO}_3) = \frac{10 \cdot (b-a) \cdot F \cdot 0,691}{c \cdot 100 - (v+m+z)}$$

где је:

a – утروшена запремина раствора натријум-хидроксида за главну пробу, у ml;

b – утрошена запремина раствора натријум-хидроксида за слепу пробу, у ml;

c – маса узорка узетог за анализу, у g;

v – количина воде у испитиваном узорку, у %;

m – количина масти у испитиваном узорку, у %;

z – количина шећера у испитиваном узорку, у %;

F – фактор корекције концентрације.

1 ml раствора хлороводоничне киселине c(HCl) = 0,1 mol/l одговара $\frac{\text{Na}_2\text{CO}_3}{6,91 \text{ mg}}$.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 6% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 6%, поступак се мора поновити.

v) *Одређивање алкалитета пепела нерастворљивог у води*

Дефиниција

Под алкалитетом пепела нерастворљивог у води подразумева се запремина раствора натријум-хидроксида у ml, еквивалентна маси алкалних материја нерастворљивих у врућој дестилваној води, а садржи их пепео добијен из 100 g суве материје узорка, без масти и шећера.

Прибор и реагенси

Користе се исти прибор и реагенси као у методи Одређивање алкалитета укупног пепела из овог правилника.

Поступак

Пепео нерастворљив у води, добијен по методи Одређивање алкалитета пепела нерастворљивог у води, пренесе се, заједно с филтрир-папиром, у ерленмајер-тиквицу запремине 300 ml, дода се 20 ml вруће дестилване воде и тачно 10 ml раствора хлороводоничне киселине или 10 ml раствора сумпорне киселине.

Тиквица се загрева на врелом воденом купатилу 15 min и раствор се више пута промеша. Врућ раствор филтрира се кроз наборани филтрир-папир у ерленмајер-тиквицу запремине 300 ml, и остатак на филтрир-папиру испира се врућом дестилваном водом до неутралне реакције са индикатор-папиром.

Филтрат се охлади, додају се две капи индикатор-раствора бром-крезол-зеленог и титрира се раствором натријум-хидроксида до промене боје у зелено.

Слепа проба и главна проба раде се као у методи Одређивање алкалитета пепела растворљивог у води.

Израчунавање

Израчунава се као у методи Одређивање алкалитета укупног пепела из овог правилника.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 6% утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 6%, поступак се мора поновити.

7. Одређивање сирових беланчевина по Кјелдалу (Kjeldahl) – макро-микроступак

Принцип

Грејањем са сумпорном киселином у присуству катализатора азотна једињења (осим нитрата и нитрита) преводе се у амонијум-сулфат. Додатком натријумове базе ослобађа се амонијак, који се са воденом паром дестилише у одређену количину киселине познате концентрације. Вишак киселине одређује се ретитрацијом.

Прибор

Користи се следећи прибор:
1) кјелдал-тиквица, запремине 500 ml;
2) апарат за микродестилацију, по Парнас-Вагнеру (Parnas-Wagner);
3) аналитичка вага с тачношћу $\pm 0,1 \text{ mg}$;
4) електрични грејач за разарање, по Кјелдалу (Kjeldahl);
5) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:
1) сумпорна киселина, концентрована (густина = 1,84 g/ml);
2) смеша соли: 95 g натријум-сулфата и 5 g бакар-сулфата;
3) раствор натријум-хидроксида, 30 % (m/m);
4) раствор хлороводоничне киселине, c(HCl) = 0,01 mol/l;
5) раствор натријум-хидроксида, c(NaOH) = 0,01 mol/l;
6) индикатор по Таширу (Tashir):
40 ml 0,1% (m/V) раствора метилен-црвеног у етанолу, и
10 ml 0,1% (m/V) раствора метилен-плавог у етанолу.

Поступак

Одмери се око 2 g хомогенизованог узорка са тачношћу $\pm 0,1 \text{ mg}$ и помоћу глатког сјајног папира, алуминијумске фолије или помоћу мале стаклене посуде квантитативно пренесе у кјелдал-тиквицу, тако да грло тиквице остане чисто.

Дода се 25 ml концентроване сумпорне киселине, 10 g смесе соли и две стаклене куглице. Садржај тиквице се пажљиво протресе да би се целокупна маса поквасила и разбиле евентуалне грудвице.

Грло тиквице ће покрије малим левком или стакленом крушком и тиквица се постепено загрева у нагнутом положају (у дигестору). Кад се реакција у тиквици заврши јаче се загрева, уз чешиће окретање тиквице. Спаљивање је завршено кад се појави бистар зелено-плави раствор без црних честица.

Кад се тиквица охлади, опрезно се разреди дестилваном водом, пренесе у одмерну тиквицу запремине 250 ml и допуни водом до ознаке.

У апарат за дестилацију по Парнас-Вагнеру дода се, преко левка, тачно 10 ml добијеног раствора. Левак се три пута испере са 2 до 3 ml дестилване воде, дода се једна кап раствора фенолфталеина, 10 ml 30%-ног (m/m) раствора натријум-хидроксида и укључи цев за довод водене паре. Испод хладњака се истовремено постави ерленмајер-тиквица запремине 100 ml, у коју је додато 20 ml раствора

хлороводоничне киселине и 0,5 ml индикатора по Таширу. Врх хладњака мора бити уроњен у киселину.

Првих 4 до 5 min обавља се дестилација помоћу заронене цеви, затим се предложак спусти и дестилација настави још 2 до 3 min. Цев и врх хладњака исперу се са мало дестиловане воде у исту тиквицу, тиквица се скине са сталка и одмах титрира раствором натријум-хидроксида до промене боје из љубичасте у зелену.

На исти начин упоредо се ради слепа проба са 10 ml дестиловане воде.

Израчунавање

Један милилитар раствора хлороводоничне киселине $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$ одговара 0,14 mg азота,

$$\text{азот}(\%) = \frac{(a-b) \cdot 0,14 \cdot 100 \cdot F}{c \cdot 1000} = \frac{(a-b) \cdot 0,014 \cdot F}{c}$$

где је:

- a – запремина натријум-хидроксида $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$ утрошена за титрацију слепе пробе, у ml;
- b – запремина натријум-хидроксида $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$ утрошена за титрацију главне пробе, у ml;
- c – маса узорка у аликвотном делу раствора који је узет у коначни поступак, у g;
- F – фактор корекције концентрације беланчевине (%) = азот % $\cdot 6,25$,

где је:

6,25 – фактор за прерачунавање азота у беланчевине.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

8. Одређивање сирове целулозе по Киришнер Ханак (Kirshner-Hanack)

Принцип

Узорак се разара смесом азотне и сирћетне киселине, кувањем уз повратни хладњак. Раствор се затим филтрира преко стакленог филтра, суши у сушници и мери.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) аналитичка вага са тачношћу $\pm 0,1 \text{ mg}$;
- 2) ерленмајер-тиквица NB – 29, запремине 100 ml;
- 3) повратни хладњак дужине 40 cm;
- 4) лончић за филтрирање 1-G-3 или 1-G-4;
- 5) боца сисаљка, запремине 500 ml;
- 6) мензура, запремине 50 ml и 100 ml;
- 7) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенси

Користе се следећи реагенси:

- 1) раствор сирћетне киселине, 80% (V/V);
- У одмерну тиквицу запремине 100 ml одмери се 80 ml глацијалне сирћетне киселине и 20 ml дестиловане воде;
- 2) азотна киселина, концентрована;
- 3) смеша 80%-не (V/V) сирћетне киселине и концентроване азотне киселине (10:1);
- 4) етанол, 96%-ни (V/V);
- 5) етар, чистоте р. а;
- 6) амил-алкохол, чистоте р. а.

Поступак

Одмери се 1 до 2 g уситњеног узорка са тачношћу $\pm 0,1 \text{ mg}$, стави се у ерленмајер-тиквицу NB-29, дода се 45 ml 80%-не (V/V) сирћетне киселине и 4,5 ml концентроване азотне киселине и кува пола сата уз повратни хладњак. Да се при додавању киселине не би стварала пена, дода се неколико капи амил-алкохола.

Приликом кувања садржину тиквице треба више пута промешати, како се честице узорка не би хватале за зидове тиквице.

После кувања, врући раствор се филтрира кроз осушени и мерени лончић за филтрирање, употребом вакуум-сисаљке. Талог се најпре испере са 10 ml вруће смесе сирћетне и азотне киселине, затим врућом дестилованом водом и, на крају, етанолом и етром. Суши се у сушници 30 min при температури $105 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, хлади у ексикатору и брзо мери.

Израчунавање

Количина сирове целулозе изражава се у проценти-ма, а израчунава се по формули:

$$\text{сирова целулоза} (\%) = \frac{a}{c} \cdot 100$$

где је:

- a – маса сирове целулозе, у g;
- c – маса узорка узетог за анализу, у g.

Резултат се изражава са две децимале.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 6% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 6%, поступак се мора поновити.

9. Одређивање укупне масти по Сокслету (Soxhlet)

Принцип

После хидролизе узорка са хлороводоничном киселином, врши се вештеструка екстракција масти са органским растварачем у апарату по Сокслету (Soxhlet).

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) ерленмајер-тиквица, запремине 300 до 500 ml, са широким грлом;
- 2) сахатно стакло;
- 3) стаклени левак, пречника 10 cm;
- 4) тиквица округла, равнoг дна, дугог врата, запремине 2 l;
- 5) чахура за екстракцију;
- 6) апарат за екстракцију, по Сокслету;
- 7) чаша, запремине 100 ml;
- 8) аналитичка вага, тачности $\pm 0,1 \text{ mg}$;
- 9) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) хлороводонична киселина, раствор 25% (m/m) – (густине 1,12 g/ml) (два запреминска дела 36%-не хлороводоничне киселине густине 1,18 g/ml и један запремински део дестиловане воде);
- 2) петрол-етар, сушен и свеже дестилован, тачке кључања ниже од $60 \text{ }^\circ\text{C}$;
- 3) раствор сребро-нитрата.

Поступак

Узорци као што су какао-зрно, какао-погача и слични морају се пре мерења уситњити до величине честица од максимално 150 μm (микрометра).

Припремљени узорци мере се са тачношћу $\pm 0,1 \text{ mg}$ у ерленмајер-тиквици широког грла, запремине 300 до 500 ml, и то:

- а) 3 до 4 g – какао-маса, уситњено какао-зрно;
- б) 4 до 5 g – какао-прах, какао-погача, чоколада, шећерни прелив;
- в) 5 до 15 g – кекс и сродни производи;

- г) 9 до 10 g – млечна чоколада, какао-крем-производ (млечни), инстант-какао, прах са додатком млека у праху или без тог додатка;
 д) 10 g – колачи;
 њ) 15 g – медањаци;
 е) 30 g – карамеле.

Одмереном узорку дода се 45 ml кључале дестиловане воде; снажно се мућка док смеша не постане хомогена и дода се 55 ml 25%-не (m/m) хлороводоничне киселине. За одређивање укупне масти у карамелама и кексу у којима се одређује млечна маст потребно је мерити 30 g карамела или 15 g кекса. Одмереној количини дода се 90 ml кључале дестиловане воде, снажно се мућка да смеша постане хомогена и дода се 110 ml 25 %-не хлороводоничне киселине.

Тиквица са узорком се покрије сахатним стаклом, загреје и, кад прокључа, остави да полагаано ври 15 min.

Сахатно стакло се квантитативно испере дестилованом водом у исту тиквицу (око 100 ml).

Врућа суспензија филтрира се кроз влажан безмасни филтрир-папир. Тиквица и остатак на филтрир-папиру исперу се врућом дестилованом водом до негативне реакције на јоне хлора са раствором сребро-нитрата. Филтрир-папир са остатком стави се у одмашћену чахуру за екстракцију и најмање 6 h суши у сушници на температури од 103 до 105 °C, у чаши запремине 100 ml.

Осушена чахура са узорком стави се у екстрактор соклет-апарата и екстрактор споји са тиквицом за екстракцију, претходно осушеном и измереном са тачношћу ± 0,1 mg. У екстрактор се сипа око 150 ml петролетра којим се претходно испере посудница у којој је сушена чахура. Тиквица са екстрактором се постави на грејно тело и екстрактор повеже са хладњаком.

Да би се постигло нормално пражњење апарата, испод чахуре се стави слој стаклених куглица. Екстракција траје 4 h, односно екстрактор се мора испразнити најмање 30 пута. Затим се петролетар предестилише, а тиквица суши у сушници на температури од 103 до 105 °C, или 1 h у вакуум-сушници на температури од 70 °C, водоравно постављена.

Тиквица се хлади у ексикатору 30 min и мери на аналитичкој ваги са тачношћу ± 0,1 mg. Поступак сушења и мерења се понавља док разлика између два мерења не постане нижа од 0,5 %.

Израчунавање

Количина укупне масти изражава се у процентима, а израчунава се према формули:

$$\text{укупна маст (\%)} = \frac{a}{c} \cdot 100$$

где је:

а – маса екстраховане масти, у g;

с – маса узорка узетог за анализу, у g.

Напомена. За одређивање млечне масти, укупна маст, у односу на суву материју, мора се израчунати у процентима.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

10. Одређивање млечне масти

Примена

Метода се примењује за све производе који садрже млечну маст.

Млечна маст одређује се помоћу:

а) полумикроброја маслачне киселине (МВ);

- б) полумикроброја укупних нижих масних киселина (УВ);
 в) полумикроброја остатка (ВО);
 г) израчунавање млечне масти помоћу МВ, УВ и ВО.

а) Одређивање полумикроброја маслачне киселине (МВ)

Дефиниција

Број маслачне киселине (МВ) подразумева запремину раствора натријум-хидроксида у ml, потребну за неутрализацију испарљивих масних киселина које су растворљиве у сумпорној киселини засићеној калијум-сулфатом и каприлном киселином, у 5 g масти.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) тиквица округла, равнoг дна NB-29, запремине 50 ml и 100 ml;
- 2) пипета запремине 1 ml, са широким отвором;
- 3) уљно купатило са терморегулатором и могућношћу одржавања константне температуре 175 °C;
- 4) водено купатило;
- 5) левак за филтрацију, пречника 5 cm;
- 6) повратни хладњак;
- 7) мензуре по Бекелу (Beckel), запремине 12,5 ml и 11 ml;
- 8) бирета запремине 10 ml;
- 9) уређај за дестилацију, према шеми 1 у прилогу;
- 10) сушница;
- 11) аналитичка вага са тачношћу ± 0,1 mg;
- 12) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) алкохолни раствор калијум-хидроксида: 40 ml калијум-хидроксида (KOH) 49 %-ног (m/m) (густине 1,50 g/ml) помеша се са 40 ml дестиловане воде и допуни до ознаке у одмерној тиквици запремине 1000 ml 96 %-ним (V/V) етанолом; 5 ml тако припремљеног реагенса троши 25 до 27 ml хлороводоничне киселине, c(HCl) = 0,1 mol/l, уз фенолфталеин као индикатор. Ако је алкохолни раствор калијум-хидроксида слабије концентрације, потребно је додати одговарајућу количину калијум-хидроксида (густине 1,50 g/ml);
- 2) глицерин 88 %-ни (m/m) – (густине 1,23 g/ml);
- 3) засићен водени раствор калијум-сулфата на температури 20 °C, 10 %-ни (m/m) – (густине 1,08 g/ml);
- 4) алкохолни раствор фенолфталеина, 1 %-ни (m/V): одмери се 1 g фенолфталеина у одмерну тиквицу запремине 100 ml и до ознаке допуни 96 %-ним (V/V) етанолом;
- 5) раствор натријум-хидроксида, c(NaOH) = 0,01 mol/l, свеже припремљен;
- 6) сумпорна киселина, 25 %-на (V/V): припрема се тако што се узму три запреминска дела дестиловане воде и један запремински део концентроване сумпорне киселине (густине 1,84 g/ml);
- 7) раствор кокосовог сапуна: сапонификује се 50 g чисте рафинисане кокосове масти (нехидриране, тачке топљења 24 до 26 °C) са 50 g глицерола; 15 g калијум-хидроксида (KOH) и 20 ml дестиловане воде у тиквици запремине 1000 ml, уз повратни хладњак на отвореном пламену, охлади на температуру нижу од 100 °C и пажљиво разреди дестилованом водом на 500 ml.

Поступак

Полумикроброј маслачне киселине (МВ) одређује се тако што се из узорка најпре екстрахује укупна маст по методи Одређивање укупне масти по Сокулету из овог правилника.

Поступак затим обухвата:

- 1) сапонификацију;

- 2) разарање сапуна;
- 3) дестилацију;
- 4) титрацију.

Сапонификација

У округлу тиквицу равног дна NB-29 запремине 50 ml, одмери се 500 до 520 mg узорка масти са тачношћу $\pm 0,1$ mg. Препоручује се да се узорак масти претходно растопи и потребна количина дода помоћу пипете (око 20 капи), а затим мери. Измереном узорку дода се 5 ml алкохолног раствора калијум-хидроксида и неколико куглица ради равномерног кључања (обично три). Тиквица се споји са повратним хладњаком и сапонификује на кључалом воденом купатилу. Кад се раствор избистри, остави се даври најмање 3 до 5 min. Пипетом са широким отвором дода се 1 ml глицерина и кување се наставља на воденом купатилу без хладњака док алкохол не испари, што се запажа по јачем пењењу раствора. Да би се одстранила преостала количина алкохола, тиквица се стави у сушницу у водоравном положају и суши 1 h на температури 100 °C.

Разарање сапуна

После вађења из сушнице, пипетом се дода 15 ml засињеног раствора калијум-сулфата, тиквица се затвори и снажно мућка док се сапуни равномерно распореди.

Извесне масти стварају сапуне који се тешко растварају у раствору калијум-сулфата. У том случају препоручује се да се тиквица угреје још неко време у сушници, охладити на собну температуру и стави 10 min у водено купатило загрејано на 20 °C.

Пошто се сапуни равномерно распореди, дода се 0,5 ml сумпорне киселине, 1 ml раствора крвос-сапуна и на врх ножа инфузоријске земље. Тиквица се 5 min поново стави у водено купатило загрејано на 20 °C, снажно промућка и суспензија филтрира кроз суви наборани филтрир-папир (пречника 10 cm) у Бекелову мензур, до ознаке 12,5 ml. Ако је потребно, остатак на филтрир-папиру се гњечи да би се добила довољна количина филтрата.

Дестилација

Добијени филтрат се пренесе у округлу тиквицу равног дна NB-29, запремине 100 ml, а Бекелова мензура испере у исту тиквицу са 5 ml претходно прокуване дестиловане воде и дода неколико куглица ради равномерног кључања. Тиквица се споји са апаратом за дестилацију и 11 ml филтрата предестилише у Бекелову мензур, запремине 11 ml.

Као извор топлоте служи уљано купатило са терморегулатором (могућност одржавања константне температуре 175 °C). Ниво уља у купатилу мора бити 1 cm изнад нивоа течности у тиквици.

Титрација

Дестилат из Бекелове мензуре пренесе се у ерленмајер-тиквицу широког грла, запремине 50 ml, додају се једна до две капи раствора фенолфталеина и титрира раствором натријум-хидроксида, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, док боја не постане јасно црвена. Бекелова мензура се три пута испере титрисаним дестилатом, и ако се дестилат обезбоји, поново се опрезно титрира до слабо ружичасте боје, која мора бити постојана 30 s.

Напомена. Слепа проба са 500 mg какао-маслаца обавезно се ради на исти начин као и за узорак.

Израчунавање

Полумикроброј маслачне киселине (МВ) израчунава се према формули а):

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

где је:

МВ - полумикроброј маслачне киселине;

- a - запремина раствора натријум-хидроксида утрошене за главну пробу, у ml;
- b - запремина раствора натријум-хидроксида утрошене за слепу пробу, у ml;
- c - маса узорка узетог за анализу, у mg;
- F - фактор корекције концентрације; или према формули б):

$$b) \text{MB} = (a - b) \cdot f \cdot F$$

где је:

- МВ - полумикроброј маслачне киселине;
- a - запремина раствора натријум-хидроксида утрошене за главну пробу, у ml;
- b - запремина раствора натријум-хидроксида утрошене за слепу пробу, у ml;
- f - фактор за прерачунавање броја маслачне киселине из приложене таблице;
- F - фактор корекције концентрације.

Одмерена маса масти, у mg	Фактор f	Одмерена маса масти, у mg	Фактор f
500 до 501	1,40	522 до 525	1,34
502 до 505	1,39	526 до 529	1,33
506 до 509	1,38	530 до 533	1,32
510 до 513	1,37	534 до 537	1,31
514 до 517	1,36	538 до 541	1,30
518 до 521	1,35	542 до 545	1,29

б) Одређивање полумикроброја укупних нижих масних киселина (LIV)

Дефиниција

Под укупним бројем нижих масних киселина (UV) подразумева се запремина раствора натријум-хидроксида, у ml, потребна за неутрализацију нижих масних киселина, после одвајања виших масних киселина помоћу разређеног раствора магнезијум-сулфата, у 5 g масти.

Прибор

Користи се исти прибор као у методи Одређивање полумикроброја маслачне киселине.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) алкохолни раствор калијум-хидроксида: 40 ml 49%-ног (m/m) калијум-хидроксида (густине 1,50 g/ml) помеша се са 40 ml дестиловане воде и у одмерној тиквици запремине 1000 ml допуни до ознаке 96%-ним (V/V) етанолом. 5 ml тако припремљеног реагенса троши од 25 до 27 ml раствора хлороводоничне киселине, уз фенолфталеин као индикатор. Ако је алкохолни раствор калијум-хидроксида много слаб, потребно је додати одговарајућу количину калијум-хидроксида (густине 1,50 g/ml);
- 2) глицерин 88%-ни (m/m) (густине 1,23 g/ml);
- 3) раствор магнезијум-сулфата ($\text{Mg SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$): 15 g магнезијум-сулфата раствори се у 1000 ml дестиловане воде;
- 4) алкохолни раствор фенолфталеина, 0,02% (m/V): 0,2 g фенолфталеина раствори се 90%-ним (V/V) етанолом у одмерној тиквици запремине 1000 ml и допуни до ознаке;
- 5) раствор натријум-хидроксида ($c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$), свеже припремљен;
- 6) фосфорна киселина, 25%-на (m/m) - (густине 1,146 g/ml): један запремински део фосфорне киселине 85%-не (m/m) (густине 1,695 g/ml) помеша се са четири запреминска дела дестиловане воде.

Поступак

Полумикроброј укупних нижих масних киселина (UB) одређује се тако што се, по методи Одређивање укупне масти по Сохлету, из овог правилника из узорка најпре екстракује укупна маст.

Поступак затим обухвата:

- 1) сапонификацију;
- 2) разарање сапуна;
- 3) дестилацију;
- 4) титрацију.

Сапонификација

У округлу тиквицу равног дна NB-29, запремине 50 ml одмери се 500 до 550 mg узорка масти, са тачношћу $\pm 0,1$ mg. Узорак масти се претходно растопи и потребна количина дода пипетом, а затим мери. Измереном узорку додаје се 5 ml алкохолног раствора калијум-хидроксида и три куглице ради равномерног кључања. Тиквица се споји са повратним хладњаком и садржина се сапонификује на кључалом воденом купатилу. Већ бистри раствор кључа најмање 3 до 5 min. Пипетом са широким отвором дода се 1 ml глицерина и кување се наставља на воденом купатилу без хладњака док алкохол не испари, што се види по јачем пењењу раствора. Да би се уклонила преостала количина алкохола, тиквица се стави у сушницу у водоравном положају и суши 1 h на температури 100 °C.

Разарање сапуна

После вађења тиквице из сушнице, још врућем сапуну дода се 50 ml свеже прокуване дестидоване воде, уз потресање, да се сапуни потпуно растворе. Затим се, такође уз потресање, дода 25 ml раствора магнезијум-сулфата. Тиквица се затвори и остави 13 h (преко ноћи) на собној температури, затим се филтрира кроз наборани филтрир-папир пречника 15 cm у одмерни цилиндар запремине 100 ml. Филтрата мора бити најмање 50 ml.

Дестилација

Тачно 50 ml филтрата квантитативно се пренесе у округлу тиквицу равног дна NB-29, запремине 100 ml, дода се неколико куглица ради равномерног кључања и 1 ml 25%-не фосфорне киселине. Тиквица се споји са дестилационим апаратом, дестилише се и 40 ml дестилата хвата у одмерни цилиндар запремине 50 ml.

Као извор топлоте служи уљано купатило са терморегулатом (могућност одржавања константне температуре 175 °C). Ниво уља у купатилу мора бити 1 cm изнад нивоа тежести у тиквици.

Титрација

Дестилат се пренесе у ерленмајер-тиквицу запремине 100 ml. Хладњак се испере са 10 ml алкохолног раствора фенолфталеина у одмерни цилиндар (остави се да потпуно испара). Из одмерног цилиндра течност се пажљиво пренесе у ерленмајер-тиквицу у којој је дестилат.

Дестилат се пажљиво промућка и титрира раствором натријум-хидроксида с (NaOH) = 0,01 mol/l до јасно црвене боје, која се постиже вишком (око две капи) раствора натријум-хидроксида исте концентрације.

Одмерни цилиндар се три пута испере тако претитрираним раствором и, ако се обезбоји, титрира даље, раствором натријум-хидроксида с (NaOH) = 0,01 mol/l до слабо ружичасте боје, која мора бити постројана 30 s.

Напомена. Обавезно се ради слепа проба на исти начин са 500 mg какао-маслаца.

Израчунавање

Полумикроброј укупних нижих масних киселина (UB) израчунава се према формули а):

$$a) UB = \frac{(a - b) \cdot F \cdot 1,52 \cdot 500}{c}$$

где је:

- UB - полумикроброј укупних нижих масних киселина;
- a - запремина раствора натријум-хидроксида утрошена за главну пробу, у ml;
- b - запремина раствора натријум-хидроксида утрошена за слепу пробу, у ml;
- c - маса узорка масти узетог за анализу, у mg;
- F - фактор корекције концентрације;

или према формули б):

$$b) UB = (a - b) \cdot f \cdot F$$

где је:

- UB - полумикроброј укупних нижих масних киселина;
- a - запремина раствора натријум-хидроксида утрошена за главну пробу, у ml;
- b - запремина раствора натријум-хидроксида утрошена за слепу пробу, у ml;
- f - фактор прерачунавања за укупан број из приложене таблице 1;
- F - фактор корекције концентрације.

Таблица 1

Одмерена маса масти, у mg	Фактор f	Одмерена маса масти, у mg	Фактор f
500 до 501	1,52	523 до 526	1,45
502 до 505	1,51	527 до 529	1,44
506 до 508	1,50	530 до 533	1,43
509 до 511	1,49	534 до 537	1,42
512 до 515	1,48	538 до 541	1,41
516 до 518	1,47	542 до 545	1,40
519 до 522	1,46	546 до 550	1,39

в) Израчунавање полумикроброја остатка (BO)

Полумикроброј остатка јесте разлика између полумикроброја укупних нижих масних киселина и полумикроброја маслачне киселине:

$$BO = UB - MB$$

Полумикроброј остатка указује на присуство капринске и каприлне киселине. Служи за испитивање присуства кокосове масти која се поред млечне масти садржи у укупној масти.

Ако је однос BO : MB једнак или већи од 1,2, са сигурношћу се може утврдити додатак кокосове масти. У том случају садржај кокосове масти у укупној масти израчунава се према формули:

процент кокосове масти

$$\text{у укупној масти} = (2,76 \cdot BO) - (2,07 \cdot MB)$$

г) Израчунавање садржаја млечне масти

- 1) Процент млечне масти (Mm) у укупној масти израчунава се према формули:

$$Mm (\%) = (5,09 \cdot MB) - (0,12 \cdot BO)$$

- 2) Процент млечне масти, рачунато на суву материју готовог производа, израчунава се према формули:

$$\text{млечна маст} = Um \cdot Mm / 100$$

рачунато на суву материју, у %

где је:

Um = укупна маст у испитиваном узорку, рачунато на суву материју, у %;

Mm = млечна маст у укупној масти, у %.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 8% утврђене средње вредности (релативна дисперзија). Ако је разлика већа од 8%, поступак се мора поновити.

11. Одређивање сахарозе у какао-производима - полариметријска метода

а) Одређивање сахарозе у производима који садрже само сахарозу - метода једноструке поларизације

Принцип

Сахароза се екстрахује из узорка врућом дестилованом водом, а додатком базног олово-ацетата исталоже се баластне материје. На полариметру се, у чистом филтрату, очита угао скретања.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) полариметар, полариметријска цев дужине 2 dm;
- 2) извор светлости (натријумова светиљка или живина светиљка). Ако се употребљава живина светиљка, добијене вредности се прерачунавају на натријумову D линију множењем фактором 0,8492;
- 3) аналитичка вага с тачношћу $\pm 0,1$ mg;
- 4) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) калцијум-карбонат, CaCO_3 ;
- 2) базни олово-ацетат, $2 \text{Pb} (\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{Pb} (\text{OH})_2$ 40%-ни (m/m) раствор: у 700 ml вруће дестиловане воде раствори се 230 g олово-ацетата $\text{Pb} (\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, врућем раствору се, уз мешање, дода 120 g олово-оксида (PbO). Кад се већи део олово-оксида раствори, филтрира се у одмерну тиквицу запремине 1 l. Остатак на филтрир-папиру испере се врућом дестилованом водом, охлади на собну температуру, допуни дестилованом водом до ознаке и добро промеша;
- 3) хладни засићени раствор динатријум-фосфата, у % (m/m) одмери се 8 g динатријум-фосфата ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) у одмерну тиквицу запремине 100 ml, раствори се дестилованом водом и допуни до ознаке;
- 4) свеже жарен калцијум-оксид, CaO ;
- 5) алкохолни раствор фенолфталеина, у % (m/V): одмери се 1 g фенолфталеина у одмерну тиквицу запремине 100 ml, раствори се 96%-ним (V/V) етанолом и допуни до ознаке;
- 6) сумпорна киселина (H_2SO_4), раствор 10%-ни (V/V): 1 запремински део сумпорне киселине (густине 1,84 g/ml) помеша се са 9 делова дестиловане воде.

Поступак

Одмери се 10,00 g са тачношћу $\pm 0,1$ mg уситњеног узорка у ерленмајер-тиквицу запремине 250 ml, дода 0,5 g калцијум-карбоната и 100 ml дестиловане воде, температуре 20 °C. Тиквица се затим измери и греје на воденом купатилу на температури од 50 до 60 °C, уз повремено мешање, док се узорак потпуно не раствори. Тиквица се охлади под млазом воде, споља обрише, поново мери и допуни дестилованом водом на почетну масу. Затим се, уз мућкање, дода 2 ml 40 %-ног (m/m) раствора базног олово-ацетата и филтрира преко набораног филтрир-папира који се за време филтрације покрије сахатним стаклом.

У одмерну тиквицу запремине 100 ml отпипетира се 50 ml филтрата, дода 0,6 g свеже жареног калцијум-оксида и 1 h загрева у воденом купатилу на температури 70 °C. Тиквица се охлади под млазом воде на температуру 20 °C, дода се једна кап алкохолног раствора фенолфталеина и, уз потресање тиквице додаје се кап по кап 10%-ног раствора сумпорне киселине док се црвена боја не изгуби.

Да би се филтрат избистрио, дода се 2 ml раствора базног олово-ацетата, као и 1 ml хладног засићеног раствора динатријум-фосфата, допуни се до ознаке дестилованом водом, снажно промућка и филтрира кроз наборани филтрир-папир.

Филтрат мора бити бистар.

Одређивање угла скретања

Пре сваког мерења потребно је на полариметру одредити нулту тачку.

Полариметријска цев се напуни дестилованом водом температуре 20 °C и угао скретања очита најмање шест пута. Нулта тачка полариметра је средња вредност тих читања.

Да би се одредио угао скретања испитиваног раствора полариметријска цев се два пута испере истим раствором, а затим се цев напуни раствором чија је температура 20 °C, при чему се пази да не остану мехурићи ваздуха. Угао скретања се очита најмање шест пута и израчуна средња вредност.

Израчунавање

Количина сахарозе изражава се у процентима, а израчунава се према формулама, зависно од врсте полариметра:

а) полариметар - скала с кружном поделом:

$$\text{сахароза (\%)} = \frac{15,1240 \cdot d}{1 - (0,009193 \cdot d)}$$

где је:

d - очитани угао скретања испитиваног раствора;

б) полариметар са Венцкеовом поделом (Ventzke):

$$\text{сахароза (\%)} = \frac{5,2297 \cdot d}{1 - (0,003179 \cdot d)}$$

в) полариметар са Лаурент-поделом:

$$\text{сахароза (\%)} = \frac{3,2724 \cdot d}{1 - (0,001989 \cdot d)}$$

где је:

d - очитани угао скретања испитиваног раствора.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности.

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

б) Одређивање сахарозе у производима који уз сахарозу садрже и друге шећере - метода двоструке поларизације

Принцип

Сахароза се екстрахује из узорка врућом дестилованом водом, а додатком базног олово-ацетата исталоже се баластне материје. На полариметру се очита угао скретања раствора пре и после инверзије.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) полариметар;
- 2) извор светлости - натријумова светиљка или живина светиљка. Ако се употребљава живина светиљка, добијене вредности се прерачунавају на натријумову D линију множењем фактором 0,8492;
- 3) аналитичка вага са тачношћу $\pm 0,01$ g;
- 4) остали лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) раствор базног олово-ацетата, 40%-ни (m/m): припрема се као у методи Одређивање садржаја сахарозе у какао-производима, под тачком а);
- 2) глацијална сирћетна киселина, 98 до 100 %;
- 3) раствор хлороводоничне киселине, с (HCl) = 6,3 mol/l.

У одмерну тиквицу запремине 1000 ml одмери се 630 ml концентроване хлороводоничне киселине (густине 1,16 до 1,18 g/ml) и до ознаке допуни дестилованом водом.

Ради одређивања титра, отпипетира се 5 ml тако припремљеног раствора хлороводоничне киселине у одмерну

тиквицу запремине 100 ml и до ознаке допуни дестилованом водом. За титрацију се користи фенолфталеин као индикатор.

Ако је титар тачан, утрошак раствора натријум-хидроксида биће 31,5 ml. Ако је утрошак мањи или већи, титар киселине се коригује додатком хлороводоничне киселине или дестиловане воде.

Поступак

У чашу запремине 100 ml одмери се 25,00 g уситњеног узорка са тачношћу $\pm 0,1$ mg, и загрева све док узорак не постане течан. Постепено се дода 40 ml дестиловане воде температуре 80 °C и меша док смеша постане хомогена. Добијена смеша пренесе се квантитативно у одмерну тиквицу запремине 250 ml помоћу 100 ml вруће дестиловане воде. Под млазом воде охлади се на собну температуру и дода 3,75 ml раствора базног олово-ацетата.

Ако у узорку има више од 20% безмасних какао-делова, за бистрење се додаје 5 ml раствора базног олово-ацетата.

Тиквица се затим до ознаке допуни дестилованом водом, добро промеша и преко набораног филтрир-папира филтрира у суву ерленмајер-тиквицу, при чему се првих 20 ml филтрата баца.

Од добијеног филтрата отпипетира се 50 ml у суву ерленмајер-тиквицу запремине 100 ml, дода 0,2 ml глацијалне сирћетне киселине, затвори и добро промућка. Раствор је припремљен за читавање угла скретања пре инверзије.

Од истог филтрата отпипетира се 40 ml у одмерну тиквицу запремине 50 ml, дода 5 ml раствора хлороводоничне киселине, стави термометар и греје на воденом купатилу температуре 62 °C, уз лагано мешање.

Греје се 2 min да би се садржај у тиквици загрејао на 60 °C и та температура се одржава 10 min. После тога тиквица се охлади под млазом воде на температури 20 °C, термометар се испере дестилованом водом у исту тиквицу, тиквица се до ознаке допуни дестилованом водом и, после 1 h, очита угао скретања.

Одређивање угла скретања

Нулта тачка се одређује као у методи Одређивање сахарозе у какао-производима (тачка а).

За одређивање угла скретања тако инвертованог раствора, полариметријска цев се два пута испере истим раствором и цев се напуни тим раствором, при чему се пази да не остану мехурићи ваздуха. Угао скретања очита се најмање шест пута и израчуна средња вредност.

Израчунавање

Специфично скретање раствора пре инверзије израчунава се према формули:

$$D = \frac{100 \cdot d}{l \cdot c}$$

где је:

d - очитани угао скретања, коригован нултом вредношћу и фактором разређења 1,004;

l - дужина полариметријске цеви, у dm;

c - концентрација раствора (10 g на 100 ml у нашем примеру).

Специфично скретање раствора после инверзије израчунава се према формули:

$$I = \frac{100 \cdot d}{l \cdot c}$$

где је:

d - очитани угао скретања коригован нултом вредношћу и фактором разређења 1,25;

l - дужина полариметријске цеви, у dm;

c - концентрација раствора (10 g на 100 ml у нашем примеру).

Некоригована количина сахарозе израчунава се према формули:

$$s = \frac{D - I}{0,8811}$$

где је:

D - специфично скретање раствора пре инверзије;

I - специфично скретање раствора после инверзије;

0,8811 - фактор конверзије, фактор прерачунавања за сахарозу.

Да би се израчунала права количина сахарозе, потребно је некориговану количину сахарозе помножити фактором којим се коригује запремина (V), која се односи на нерастворљиве материје у 10%-ном раствору, а израчунава се према формули:

$$V = \frac{1000 - (1,02x + 0,8y)}{1000}$$

где је:

x - количина укупне масти у испитиваном узорку, у %;

y - количина безмасних сувих какао-делова и млечних беланчевина у испитиваном узорку, у %.

Вредност x одређује се експериментално, а вредност у добија се рачунски.

Ако је количина шећера (сахароза + лактоза) око 40%, вредност у рачуна се према формули:

$$u = 102 - (v + m + S)$$

Ако је количина шећера (сахароза + лактоза) мања од 50%, вредност у рачуна се по формули:

$$u = 102,5 - (v + m + S)$$

где је:

v - количина воде у испитиваном узорку, у %;

m - количина масти у испитиваном узорку, у %;

S - количина сахарозе, некоригована, у %.

Пример израчунавања

1. Одређивање специфичног скретања пре инверзије:

- дужина полариметријске цеви 2 dm;

- нулта вредност полариметра - 0,11°;

- скретање раствора + 5,92°;

- специфично скретање, кориговано + 6,03°;

$$D = \frac{100 - 6,03 \cdot 1,004}{2 \cdot 10}$$

$$D = +30,27^{\circ}$$

2. Одређивање специфичног скретања после инверзије:

- дужина полариметријске цеви 2 dm;

- нулта вредност полариметра - 0,21°;

- скретање раствора - 1,76°;

- специфично скретање, кориговано - 1,55°;

$$I = \frac{100 \cdot (-1,55) \cdot 1,25}{2 \cdot 10}$$

$$I = -9,69^{\circ}$$

3. Израчунавање количине сахарозе, некориговане, у %:

$$S = \frac{30,27 - (-9,69)}{0,8811}$$

$$S = 45,35\%$$

4. Израчунавање стварне количине сахарозе, у испитиваном узорку, у %:

- количина укупне масти 39,0%;

- количина воде 0,8 %;

- количина сахарозе, некориговане 45,35 %;

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

$u = 17,35$

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

$V = 0,946$

Стварна количина сахарозе у узорку је некоригована количина сахарозе помножена са 0,946, што износи $45,35 \cdot 0,946 = 42,90\%$.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности.

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

12. Одређивање шећера по Луф-Шурлу (LUFF-SCHOORL)

а) Одређивање шећера у бомбонским производима, кексу и производима сродним кексу

Принцип

Метода се заснива на принципу да редукујући шећери (природни инверт) у одређеним условима преводје бакар-сулфат (CuSO_4) из Луфовог раствора у бакар-оксид (Cu_2O). Неутрошена количина јона бакра (Cu^{2+}) одређује се тако што се раствору дода калијум-јодид, при чему се излучују еквивалентне количине елементарног јода који се, уз скроб као индикатор, одређује титрацијом раствором натријум-тиосулата. Нередукујући дисахарид (сахароза) мора се претходно инвертовати, односно хидролизovati на редукујуће моносахариде помоћу хлороводоничне киселине. Из разлике између добијеног укупног инверта и природног инверта добија се количина редукујућих шећера насталих инверзијом сахарозе.

Реагенси

Као реагенс се користи:

1) Луфов реагенс:

- раствор лимунске киселине: 50 g лимунске киселине ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) раствори се у 50 ml дестиловане воде;
- раствор бакар-сулфата: 25 g бакар-сулфата ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) раствори се у 100 ml дестиловане воде;
- раствор натријум-карбоната: 143 g безводног натријум-карбоната (Na_2CO_3) или 388 g кристалног натријум-карбоната ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) раствори се у 300 ml вруће дестиловане воде.

У раствор натријум-карбоната опрезно се улије раствор лимунске киселине, лагано меша све док не престане да се развија угљен-диоксид, а затим се дода раствор бакар-сулфата и до 1 l допуни дестилованом водом. Остави се преко ноћи и, ако је потребно, филтрира се.

Луфов реагенс мора бити одређене концентрације $c(\frac{\text{Cu}}{2}) = 0,1 \text{ mol/l}$ и $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3) = 2 \text{ mol/l}$

Контрола Луфовог реагенса:

а) У 25 ml припремљеног Луфовог реагенса дода се 3 g калијум-јодида и 25 ml сумпорне киселине. Титрира се натријум-тиосулатом уз скроб, који се додаје при крају титрације, док плава боја не пређе у боју беле кафе.

Количина утрошеног тиосулата мора износити 25 ml, а ако не троши толико, треба додати бакар-сулфата;

б) 10 ml Луфовог реагенса отпипетира се у одмерну тиквицу запремине 100 ml и до ознаке допуни дестилованом водом. У ерленмајер-тиквицу запремине 100 ml отпипетира се 10 ml тако разређеног реагенса и дода 25 ml хлороводоничне киселине, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, урони у кључало водено купатило и загрева 1 h, охлади, допуни до почетне запремине свеже прокуваном водом и титрира натријум-хидроксидом уз фенолфталеин као индикатор.

Количина утрошеног натријум-хидроксида мора износити од 5,5 до 6,5 ml;

в) 10 ml разређеног Луфовог реагенса под б) титрира се хлороводоничном киселином уз фенолфталеин као индикатор док љубичаста боја не нестане.

Количина утрошене хлороводоничне киселине мора износити од 6 до 7,5 ml;

г) рН вредност Луфовог реагенса на температури 20 °C треба да буде 9,3 до 9,4;

2) раствор натријум-тиосулата, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;

3) раствор скроба: 5 g растворљивог скроба размути се у 30 ml воде и улије у литар кључале воде. Остави се да ври 3 min, охлади и евентуално дода 10 mg меркуријодида као конзерванса;

4) раствор сумпорне киселине, $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ mol/l}$;

5) раствор калијум-јодида, 30%-ни (m/m), мора се увек припремити свеж и држати у тамној боци;

6) раствор натријум-хидроксида, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

7) раствор хлороводоничне киселине, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

8) раствор фенолфталеина у етанолу, 1% (m/V);

9) изопентанол (није неопходан);

10) раствор Carez I: у мало воде раствори се 21,95 g цинк-ацетат-дихидрата $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ или 24 g цинк-ацетат-трихидрата $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ и 3g глицералне сирћетне киселине и до 100 ml допуни дестилованом водом;

11) раствор Carez II: 10,6 g калијум-хексацијано-ферата-II-трихидрата $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ раствори се у води и допуни до 100 ml;

12) хлороводонична киселина, концентрована (HCl);

13) хлороформ (CHCl_3);

14) етанол 80% (V/V);

15) калцијум-карбонат (CaCO_3);

16) натријум-хидроксид $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

Припремање узорака

А) Ратлук

Са неколико комада ратлука који представљају узорак скалпелом се пажљиво скине површински слој, који је прекривен шећером у праху. Дебљина скинутог слоја треба да буде око 0,5 cm како би се са спољних површина одстрано упијени шећер и обезбедио исправан узорак ратлука.

Б) Желе-производи

Са неколико комада желе-производа који представљају узорак скалпелом се пажљиво скине површински слој који је прекривен шећером. Дебљина скинутог слоја треба да буде толика да би се упијени шећер одстрано и да би се добио исправан узорак желеа.

В) Тврде бомбоне

Бомбоне се добро уситне у тарионику.

Г) Кекс и производи сродни кексу

Кекс и сродни производи се добро уситне у тарионику.

Д) Гумене бомбоне и гума за жвакање

Површина гумене бомбоне и гуме за жвакање очисти се од шећера, а затим се исече на комадиће величине пирича.

Ђ) Колачи – бисквити

Колачи – бисквити добро се уситне у тарионику.

Поступак

За узорке под А, Б, В, Г

У чашу запремине 100 ml одмери се узорак од $5 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$, раствори се у топлој води и квантитативно пренесе у одмерну тиквицу запремине 250 ml. Ако је потребно, додатком 5 ml Carez I и 5 ml Carez II одстране се баластне материје. После сваког додавања Careza садржај се мора промешати, а затим се допуни до ознаке, промеша и филтрира (филтрат I).

За узорак под Д

У ерленмајер-тиквицу запремине 250 ml, са брушеним чепом, одмери се са тачношћу $\pm 0,1$ mg, 5 g припремљеног узорка гумене бомбоне, дода 50 ml дестиловане воде и 50 ml хлороформа и стави на повратни хладњак са брушеним чепом. Раствор се промукка и греје на воденом купатилу у дигестору све док се узорак не распадне. Распаднута гума изгледа као растресит талог на дну и налази се у хлороформском слоју. Тиквица се потпуно охлади под млазом воде и водени слој се филтрира преко филтрир-папира (црна врста Schleicher und Schull или други филтрир-папир одговарајуће порозности) у одмерну тиквицу запремине 250 ml. Заостали хлороформски слој се екстрахује мућкањем које се понавља три пута, са по 50 ml дестиловане воде, пренесе у тиквицу и допуни до ознаке (филтрат I).

Напомена

При загревању узорка са хлороформом и водом на воденом купатилу, хлороформ не сме да ври испод воденог слоја (температура купатила не сме бити виша од 55 °C). При екстракцији заосталог хлороформског слоја садржај треба снажно и кратко мућкати, уз повремено отпуштање чепа. Посебно треба пазити да се при оделивању воденог екстракта не пренесе и хлороформски слој.

За узорак под Б

Одмери се 5 g припремљеног узорка, са тачношћу $\pm 0,1$ mg, и квантитативно пренесе у одмерну тиквицу запремине 250 ml помоћу 150 ml 80% етанола, дода 2 g СаСО₃, загреје до кључања и држи 1h на загрејаном воденом купатилу (60 °C). Затим се охлади на собну температуру, до ознаке допуни 80%-ним етанолом и филтрира. У одмерну тиквицу запремине 100 ml пренесе се 10 ml филтрата и загрева на воденом купатилу док не испари сав алкохол. Испаравање до сува треба избегавати додавањем највише до 10 ml воде.

Кад нестане мириса на алкохол, дода се 20 ml воде, тачно 0,5 ml концентроване хлороводоничне киселине, стави се на кључало водено купатило, инвертује 30 min. Охлади и неутралише раствором натријум-хидроксида у универзални индикатор-папир.

Додавањем 5 ml Carez I и 5 ml Carez II раствора такође се балансира материје. Тиквица се допуни водом до ознаке, а садржај филтрира кроз суви филтрир-папир (филтрат I).

ОДРЕЂИВАЊЕ ПРИРОДНОГ ИНВЕРТА ЗА УЗОРКЕ ПОД А, Б, В, Г, Д

У одмерну тиквицу запремине 100 ml отпипетира се 25 ml филтрата I и допуни до ознаке. У ерленмајер-тиквицу запремине 300 ml пипетом се дода 25 ml Луфвог реагенса и 25 ml разређеног филтрата I (који мора садржати 15 до 60 mg шећера) и неколико стаклених куглица ради равномерног врења. Тиквица се споји с повратним хладњаком и на отвореном пламену загреје до кључања, тако да оно започне за 2 min. Пламен се тада смањи и кување настави још 10 min. После тога се одмах охлади под млазом воде и дода 10 ml раствора калијум-јодида, а затим, мало-помало 25 ml сумпорне киселине. Сумпорна киселина мора се додавати опрезно због пењења.

После тога излучени јод се титрира, уз непрестано мешање, натријум-тиосулфатом док раствор не добије светложуту боју, дода се неколико капи раствора скроба и титрација се постепено настави кап по кап док раствор не изгуби плаву боју.

Истовремено се, у потпуно истим условима, мора извршити и слепа проба са истом количином Луфвог реагенса, с тим што се уместо филтрата I дода 25 ml дестиловане воде.

Израчунавање

Природни инверт, (у %) израчунава се према формули:

$$\frac{250 \cdot 100 \cdot d \cdot 100}{c \cdot 25 \cdot 25 \cdot 1000} = 4 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$$

где је:

c - маса узорка, у g;

d - маса инвертног шећера, у mg, очитана из таблице I (у прилогу), на основу разлике (a - b) утврђених милилитара раствора натријум-тиосулата за слепу пробу и пробу;

F - фактор корекције концентрације.

ОДРЕЂИВАЊЕ УКУПНОГ ИНВЕРТА ЗА УЗОРКЕ ПОД А, Б, В, Г, Д, Ђ

У одмерну тиквицу запремине 100 ml, отпипетира се 10 ml филтрата I, разређи се са 30 ml дестиловане воде и дода тачно 0,5 ml концентроване хлороводоничне киселине. Све се урони у вруће водено купатило и обави инверзија која траје тачно 30 min, охлади се под млазом хладне воде, а затим неутралише раствором натријум-хидроксида c(NaOH) = 1 mol/l и до ознаке допуни дестилованом водом.

У ерленмајер-тиквицу запремине 300 ml пипетом се дода 25 ml Луфвог раствора и 25 ml раствора шећера и даље поступа као са природним инвертом.

Израчунавање

Укупни инверт, (у%), израчунава се према формули:

$$\frac{250 \cdot 100 \cdot d \cdot 100}{c \cdot 10 \cdot 25 \cdot 1000} = 10 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$$

где је:

c - маса узорка, у g;

d - маса инвертног шећера, у mg, очитана из таблице I (у прилогу), на основу разлике (a - b) милилитара раствора натријум-тиосулата утврђених за слепу пробу и пробу;

F - фактор корекције концентрације.

Израчунавање сахарозе:

$$\text{сахароза (у \%)} = (b - a) \cdot 0,95$$

где је:

a - природни инверт, у %;

b - укупни инверт, у %.

Напомена

При раду по овој методи нарочито треба водити рачуна о количини шећера узетог у поступку. На 25 ml Луфвог реагенса додаје се 25 ml филтрата који треба да садржи најмање 15 mg, а највише 62 mg редукујућег шећера израженог као глукоза.

При закисељавању сумпорном киселином може се додати 1 ml изопентанола да би се спречило стварање пене.

Пример израчунавања:

а) Природни инверт:

слепа проба = 24,90 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

проба = 14,70 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

F (Na₂S₂O₃) = 1,0000

маса узорка = 5,0000 g

разлика у ml = 24,90 - 14,70 = 10,20 ml, а томе одговара 25,52 mg инвертног шећера

природни инверт = $4 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$

природни инверт = $4 \cdot \frac{25,52}{5} \cdot 1 = 20,42\%$

Укупни инверт:

слепа проба = 24,90 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

проба = 8,30 ml c(Na₂S₂O₃) = 0,1 mol/l

F (Na₂S₂O₃) = 1,0000

маса узорка = 5,00 g

разлика, у ml = 24,90 - 8,30 = 16,60 ml, а томе одговара 43,04 mg инвертног шећера

укупни инверт = $10 \cdot \frac{d}{c} \cdot F$

$$\text{укупни инверт} = 10 \cdot \frac{43,04^1}{5,0000} = 86,08\%$$

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене просечне вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

13. Одређивање лактозе по Луф-Шурлу (Luff-Schoorl) какао-производима, производима сличним чоколади и крем-производима

Принцип и примена

Под одређеним условима, редукујући шећер лактоза преводи бакар-сулфат из Луфовог раствора у бакар (I)-оксид (Cu_2O). Неутрошена количина јона бакра (Cu^{2+}) одреди се тако што се раствору додаје калијум-јодид, при чему се излучује еквивалентна количина елементарног јода, који се уз скроб као индикатор одређује титрацијом раствором натријум-тиосулфата.

Метода се примењује за све производе који садрже млеко.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) раствор калијум-оксалата:
10 g калијум-оксалата ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) раствори се у 100 ml дестиловане воде;
- 2) раствор динатријум-фосфата:
10 g динатријум-фосфата ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) раствори се у 100 ml дестиловане воде;
- 3) диатомејска земља: 50 g Celite 545 и 50 g Celite филтар, 50 Cel добро се промеша и жари при температури 800 °C;
- 4) Луфов реагенс као и методи одређивања шећера по Луф-Шурлу из овог правилника;
- 5) калијум-јодид, чистоће р. а.;
- 6) сумпорна киселина, $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ mol/l}$;
- 7) раствор натријум-тиосулфата, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 8) раствор скроба, 1%-ни (m/V).

Поступак

У одмерну тиквицу запремине 200 ml отпипетира се 50 ml 10%-ног раствора за анализу (исти раствор који се употребљава за полариметријско одређивање сахарозе), дода се 2 ml раствора калијум-оксалата, остави се 1 min, а затим се дода 2 ml раствора динатријум-фосфата, допуни дестилованом водом до ознаке и промеша.

После тога се излије у чашу и дода на врх ножа диатомејске земље (2 пута), промеша и филтрира преко набораног филтрир-папира. Први милилитар филтрата се поново филтрира кроз исти филтрир-папир.

У ерленмајер-тиквицу запремине 300 ml NB-29 отпипетира се 25 ml Луфовог реагенса и 25 ml филтрираног раствора шећера и неколико стаклених куглица ради равномерног кључања. Тиквица се споји с повратним хладњаком и загрева на азбестној мрежици чији је отвор величине дна тиквице, тако да садржај тиквице после 2 min почне да ври, и остави се да ври тачно 10 min.

После тога се охлади на собну температуру, дода се 3 g калијум-јодида раствореног у мало дестиловане воде, а затим се, уз мешање, врло опрезно дода 25 ml сумпорне киселине. Ослобођени јод се одмах титрира раствором натријум-тиосулфата, уз раствор скроба.

На исти начин изводи се и слепа проба, само се уместо раствора шећера додаје иста запремина дестиловане воде.

Израчунавање

Од утрошених милилитара раствора натријум-тиосулфата за слепу пробу одузме се утрошени раствор на-

тријум-тиосулфата за пробу, па се из табеле I, која је саставни део овог правилника, очита одговарајућа маса анхидрида лактозе.

Количина лактозе у узорку израчуна се затим према формули:

$$L_1 = \frac{m \cdot 4 \cdot F}{n}$$

$$L = (L_1 - r) \cdot V$$

$$L = (L_1 - 0,25) \cdot 0,95$$

где је:

- L - количина анхидрида лактозе, у %;
- L_1 - некоригована количина анхидрида лактозе, у %;
- m - анхидрид лактозе очитан из таблице, у mg;
- n - употребљена запремина 2,5%-ног раствора шећера, у ml;
- r - 0,25 - фактор корекције због присуства сахарозе и редукујућих какао-делова;
- 0,95 - фактор корекције за запремину талога;
- F - фактор корекције.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

14. Одређивање аскорбинске киселине са 2,6 дихлор-фенол-индофенолом

Принцип и примена

Метода се заснива на способности 2,6-дихлор-фенол-индофенола да оксидује аскорбинску киселину и да при том прелази у безбојну леуко-базу.

Метода се примењује при одређивању аскорбинске киселине у бомбонама.

Прибор

- 1) Користи се следећи прибор: аналитичка вага с тачношћу $\pm 0,1 \text{ mg}$;
- 2) аутоматска бирета, запремине 150 ml;
- 3) остали лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) раствор 2,6-дихлор-фенол-индофенола: у одмерну тиквицу запремине 200 ml раствори се 50 mg натријумове соли и 2,6-дихлор-фенол-индофенола у 150 ml вруће воде која садржи 42 mg NaHCO_3 , охлади се и допуни водом до 200 ml, а затим профилира и чува у тамној боци на температури од + 3 °C;
- 2) стандардни раствор аскорбинске киселине: у одмерну тиквицу запремине 100 ml одмери се 5 до 10 mg аскорбинске киселине, раствори се и до ознаке допуни 2%-ном сирћетном или оксалном киселином.

Поступак

Стандардизација раствора

Пре употребе се раствор 2,6-дихлор-фенол-индофенола стандардизује аскорбинском киселином.

У ерленмајер - тиквицу запремине 100 ml отпипетира се 10 ml стандардног раствора и титрира раствором 2,6-дихлор-фенол-индофенолом до ружичасте боје, која мора бити постојана 15 s. Титар раствора 2,6-дихлор-фенол-индофенола израчунава се према формули:

$$E = \frac{A}{Z}$$

где је:

- E - титар 2,6-дихлор-фенол-индофенола, у mg/ml;

- A – маса аскорбинске киселине у 10 ml стандардног раствора, у mg;
 Z – запремина 2,6-дихлор-фенол-индофенола утрошена за титрацију 10 ml стандардног раствора аскорбинске киселине, у ml.

Поступак

У одмерну тиквицу запремине 100 ml одмери се, с тачношћу од $\pm 0,1$ mg, количина уситњених бомбона која садржи 5 до 10 mg аскорбинске киселине, раствори се и до ознака допуни 2%-ном сирћетном или оксалном киселином.

У ерленмајер-тиквицу запремине 100 ml отпипетира се 10 ml тог раствора и титрира раствором 2,6-дихлор-фенол-индофенола до појаве ружичасте боје, која мора бити постојана 15s.

При припремању узорка мора се pazити да узорак не дође у додир с металом да аскорбинска киселина не би оксидисала.

Израчунавање

Количина аскорбинске киселине израчунава се по формули:

$$\text{аскорбинска киселина (mg/100 g)} = \frac{V \cdot E \cdot 10}{c} \cdot 100$$

где је:

- V – 2,6-дихлор-фенол-индофенол утрошена за титрацију 10 ml пробног раствора, у ml;
 E – титар 2,6-дихлор-фенол-индофенола, у mg/ml;
 c – маса узорка, у g.

Пример израчунавања

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

- V = 7,10 ml
 E = 0,129 mg/ml
 c = 2,0597 g

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

15. Одређивање етанола

Принцип

Одређивање етанола заснива се на мерењу густине дестилата на тачно одређеној температури.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) тиквица округлог дна NB-29, запремине 500 ml;
- 2) Либегов хладњак (Liebig), дужине 50 cm, са 2 NB-29;
- 3) наставак за дестилацију са 2 NB-29 (мост KU-244);
- 4) наставак за Либегов хладњак са 2 NB-29 (KU-280);
- 5) одмерна тиквица са чепом, запремине 100 ml;
- 6) пикнометар по Рајшауеру (Reischauer), запремине 50 ml;
- 7) левак за пикнометар;
- 8) ултратермостат – водени, са контактним термометром;
- 9) аналитичка вага с тачношћу $\pm 0,1$ mg;
- 10) ексикатор са средством за сушење;
- 11) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) средство против пењења, танинска киселина или неко друго средство;
- 2) ацетон;
- 3) хром-сумпорна киселина.

Баждарење пикнометра

Пикнометар се добро опере хром-сумпорном киселином и испере дестилованом водом. У чист пикнометар улије се свеже прокувана и охлађена дестилована вода незнатно изнад ознаке и пикнометар се стави у водени ултратермостат, у коме је температура воде 20 °C.

Темперирање траје 30 min. Ниво воде у ултратермостату мора износити најмање 1 cm изнад ознаке на пикнометру.

После темперирања пикнометар се извади из ултратермостата, вишак воде се уклони савијутком филтрир-папира, и на исти начин осуше унутрашње стране грлића пикнометра.

Пикнометар се зачепи, обрише споља и мери на аналитичкој ваги с тачношћу $\pm 0,1$ mg (P₁).

Темперирање и мерење се понављају све док се маса у пикнометру са водом не устали. Пикнометар се затим испразни, испере ацетоном, осуши у сушници, охлади у ексикатору и мери на аналитичкој ваги с тачношћу $\pm 0,1$ mg (P₂).

Припремање узорка

а) Течни узорак

Одмерна тиквица с чепом, запремине 100 ml, напуни се течним узорком незнатно изнад ознаке и загрева 30 min на температури 20 °C. Затим се вишак течности отклони савијутком филтрир-папира. Течни узорак се квантитативно пренесе у тиквицу за дестилацију запремине 500 ml и дода се 150 ml дестиловане воде. Узорак је тада припремљен за дестилацију.

б) Полутечни или чврсти узорак

Одмери се око 100 g узорка са тачношћу $\pm 0,1$ mg и квантитативно пренесе у тиквицу за дестилацију. Чврсти узорак се приликом уношења мора уситнити скапелом. После тога се дода око 3 g танинске киселине или одговарајућа количина неког другог средства против пењења. Грло боце и скапел обрише са папирном ватом и све се стави у тиквицу. Затим се дода око 150 ml дестиловане воде и узорак је припремљен за дестилацију.

Поступак

Тиквица за дестилацију (шема 2 у прилогу која је саставни део овог правилника) споји се с хладњакном уређаја, а пламеник се постави на одговарајућем размаку од тиквице, тако да садржај у тиквици кључа без јачег пењења, а из кондензатора капљу у одмерну тиквицу по две капи у секунди. Пре почетка дестилације, у тиквицу се стави око 5 ml дестиловане воде у коју се урони врх наставка за дестилацију, али тако да не додирује дно тиквице.

Одмерна тиквица се за време дестилације урони у посуду с хладном водом.

Да би се избегло непожељно загревање хладњака грејним телом, хладњак се мора заштитити од топлоте. Температура воде на излазу из хладњака не сме бити виша од 20 °C, како би се спречио евентуални губитак алкохола при дестилацији.

У одмерну тиквицу се најпре предестилише толико дестилата да укупна запремина буде око 96 ml, врх наставка се испере с мало воде, тиквица зачепи, лагано кружно промеша и стави у ултратермостат у коме је температура воде 20 °C и загрева се 30 min.

После тога, дестилат у одмерној тиквици допуни се до ознаке дестилованом водом, а тиквица се поново зачепи и промућка.

Баждарни пикнометар се више пута испере дестилатом, затим се суд допуни до ознаке дестилатом и загрева у ултратермостату 30 min (температура воде мора бити 20 °C).

После загревања пикнометар се изводи из ултратермостата, споља обрише, а вишак дестилата изнад ознаке уклони савијутком филтрир-папира и на исти начин, осуше и унутрашње стране грлића пикнометра. Пикнометар са дестилатом мери се на аналитичкој ваги са тачношћу $\pm 0,1$ mg (P_3).

Израчунавање

а) У полутечним и чврстим узорцима густина се израчунава према формули:

$$\frac{20}{20} \text{ } ^\circ\text{C} = \frac{P_3 - P_2}{P_1 - P_2}$$

где је:

$\frac{20}{20} \text{ } ^\circ\text{C}$ – густина на температури 20°C ;

P_1 – маса пикнометра са водом, у g;

P_2 – маса пикнометра, у g;

P_3 – маса пикнометра са дестилатом, у g.

Из табеле II (у прилогу) која је саставни део овог правилника, чита се маса алкохола која одговара $\frac{20}{20} \text{ } ^\circ\text{C}$. Процент по маси етанола на укупни производ израчунава се према формули:

$$G = \frac{g}{c} \cdot 100$$

где је:

c – маса узорка, у g;

G – количина алкохола на укупну масу производа, у %;

g – маса етанола читана из таблице, у % (m/m).

Резултат се израчунава као средња вредност и изражава се са две децимале.

Пример израчунавања

$c = 100,21$ g

$P_1 = 82,66331$ g

$P_2 = 32,84620$ g

$P_3 = 82,42818$ g

$$\text{густина} = \frac{82,42818 - 32,84620}{82,66331 - 32,84620} = 0,9953$$

Одговарајућа маса етанола читана из табеле II (у прилогу), која је саставни део овог правилника, у % = 2,56

$$G = \frac{2,56 \cdot 100}{100,21}$$

$$G = 2,55 \text{ } \% \text{ (m/m)}$$

б) У течним узорцима густина се израчунава на следећи начин:

Пошто се одреди густина као под а) из табеле II (у прилогу) чита се количина етанола у % (V/V) која одговара добијеној густини $\frac{20}{20} \text{ } ^\circ\text{C}$.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 0,15%, утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 0,15%, поступак се мора поновити.

16. Одређивање рН вредности – електрометријска метода

Принцип

Одређивање рН вредности врши се у филтрату баждарним рН метром.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) рН метар са стакленом и каломел-електродом или комбинованом електроодом;
- 2) уобичајени лабораторијски прибор.

Реагенс

Као реагенс се користи:

1) раствор пуфера познате рН вредности, на температури одређивања.

За баждање подручја рН од 0 до 8 може се узети раствор пуфера било које вредности из тог подручја, на пример: рН = 4,00.

За баждање рН метра од 0 до 14 узима се раствор пуфера:

рН = 6,5, који покрива цело подручје.

Поступак

Одређивање рН вредности

Пре одређивања, рН метар се мора баждарити, према приложеном упутству уз апарат.

У чашу запремине 150 ml одмери се 10,00 g узорка са тачношћу $\pm 0,1$ mg и, уз мешање, постепено се додаје 90 ml вруће дестиловане воде. Суспензија мора бити хомогена. Филтрира се преко набораног филтрир-папира, филтрат се одмах охлади на 20°C и чита рН вредност.

Очитавање се понавља до константне рН вредности. Раде се две паралелне пробе.

Специјални случај

Какао-маслац се растопи и, у року од 5 min, механички помеша са истом количином вруће дестиловане воде температуре 50°C . Водени слој се охлади на 20°C , филтрира и одреди рН вредност.

У резултату је потребно нагласити да се рН вредност односи на водени екстракт какао-маслаца.

Резултат се даје као средња вредност два упоредна одређивања заокружен на једну децималу рН вредности.

Прецизност методе

Разлика два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 0,1 рН јединице утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа, одређивање се мора поновити.

17. Одређивање какао-делова у какао-производима (преко количине укупних алкалоида)

Принцип

Алкалоиди – теобромин и кофеин екстрахују се из испитиваних узорака кувањем узорака са водом. Баластне материје се таложе помоћу олово-ацетата, а вишак се уклони натријум-бикарбонатом. У аликвотном делу бистрог филтрата одређује се укупна количина алкалоида и изрази као процент теобромина. На основу количине теобромина израчунава се количина сувих безмасних какао-делова.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) аналитичка вага са тачношћу $\pm 0,1$ mg;
- 2) спектрофотометар са UV подручјем;
- 3) кварцне кивете, дебљине оптичког слоја 1 cm;
- 4) остали лабораторијски прибор.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) раствор базног олово-ацетата (густине 1,23 g/ml): 30 g кристалног олово-ацетата, $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ помеша се са 10 g олово-оксида (PbO), дода 10 ml воде и, уз мешање, греје на воденом купатилу док не побели. Затим се дода 90 ml вруће дестиловане воде, остави у покривеној посуди док се талог не слегне, а затим се опрезно држећи покривени левак, филтрира. Ако је потребно, течност се разређи свеже прокуваном дестилованом водом до одговарајуће густине;

- 2) натријум-хидрокарбонат, (NaHCO₃), уситњен у та-
рioniку;
- 3) раствор хлороводоничне киселине, 10% (m/m);
- 4) теобромин.

Поступак

Екстракција и бистрење

Узорак какао-производа мери се према табlici која је саставни део овог правилника, са тачношћу $\pm 0,1$ mg. У чашу запремине 250 ml дода се око 80 ml дестиловане воде и неколико куглица ради равномерног кључања, загреје се до врења и остави да ври 5 min. Чаша се скине с пламена, уз мешање се постепено додаје 4 ml раствора базног олово-ацетата и узорак се квантитативно пренесе у одмерну тиквицу запремине 100 ml, охлади се под млазом воде и допуни дестилованом водом до ознаке. Садржај тиквице се промеша и раствор филтрира кроз суви наборани филтрир-папир. Првих 10 ml филтрата се одбаци, а у 50 ml бистрог или мало замућеног филтрата дода се 0,5 g уситњеног натријум-бикарбоната. Смеса се снажно промеша, при чему се исталожи олово-карбонат.

Раствор се поново филтрира кроз суви наборани филтрир-папир, а првих 10 ml се одстрани.

Пре мерења на спектрофотометру добијени бистри раствор се мора разредити, тако да даје апсорбацију у оптималном подручју.

У табlici 1 која је саставни део овог правилника наведени су подаци за масу узорка и одговарајућа разређења за различите какао-производе.

Одговарајућа количина филтрата отпипетира се у одмерну тиквицу запремине 100 ml (према табlici 1), дода се 0,5 ml 10% хлороводоничне киселине, помеша се и до ознаке допуни дестилованом водом, а затим добро промеша.

Тако припремљен раствор спреман је за спектрофотометрисање.

При сваком мерењу, уз раствор испитиваног узорка, мора се радити слепа проба.

Таблица 1

Врста какао-производа	Приближна количина теобромина, у %	Маса узорка за анализу, у g	Количина филтрата за анализу, који се допуни до 100 ml, у ml
Какао-маса	1,5	1	5
Какао-прах	2,5 до 3	1	3
Чоколада	0,6 до 1,1	3	5
Млечна чоколада	0,1 до 0,2	3	10
Млечна чоколада са лешником	0,1 до 0,2	3	10
Чоколадни десерт	0,2 до 0,3	3	10
Дијетална храна	0,3 до 1,0	3	5

Мерење на спектрофотометру

Припремљени раствор, осим теобромина и кофеина, увек садржи примесе које апсорбују ултравиолетне зраке. Због тога није довољно мерити апсорбацију при максимуму апсорпције од 272 nm, него се мора извршити корекција, па се апсорбација очитавана на 305 nm (корекција ради примеса).

Иста мерења потребно је извршити и за слепу пробу.

Баждарење криве

За сваки спектрофотометар мора се најмање једанпут направити баждарна крива раствором чистог теобромина. Резултирајућа крива је линеарна.

На пример, може се користити Бекманов (Beckman) спектрофотометар.

На 272 nm, раствор од 1.000 mg теобромина у 100 ml воде даје апсорбацију од 0,565, из чега се добија фактор за прерачунавање теобромина:

$$\frac{1}{0,565} = 1,77$$

Израчунавање

Укупни алкалоиди израчунавају се према формули:

$$T = \frac{1,77 \cdot (A_{272} - A_{305}) \cdot 10}{a \cdot v} \cdot 0,95$$

где је:

- A₂₇₂ - апсорбација на 272 nm;
- A₃₀₅ - апсорбација на 305 nm;
- a - маса узорка за анализу, у g;
- v - запремина филтрата узета за разређење, у ml;
- 1,77 - фактор за прерачунавање на теобромин;
- 0,95 - фактор корекције запремине раствора (испарена вода која се допуњује запремински, а не мерењем масе);
- T - укупни алкалоиди у узорку за анализу, изражени као процент теобромина.

Пример израчунавања

$$\begin{aligned} A_{272} &= 0,547 \\ A_{305} &= 0,027 \\ a &= 3,1000 \text{ g} \\ v &= 5 \text{ ml} \\ T &= \frac{17,7 \cdot (0,547 - 0,027)}{3,1000 \cdot 5} = 0,95 \\ T &= 0,56\% \text{ теобромина} \end{aligned}$$

Одређивање сувих и безмасних какао-делова

Да би се у узорку какао-производа одредили суви и безмасни какао-делови, потребно је одредити укупне алкалоиде у узорку који се испитује и у узорку какао масе.

Истовремено је потребно одредити количину воде и какао маслаца у узорку какао-масае.

Израчунавање

$$KD = \frac{T_1}{T_m} \cdot 100 - (m + v)$$

где је:

- T₁ - укупни алкалоиди у узорку за анализу, као процент теобромина;
- T_m - укупни алкалоиди у узорку какао масе, као процент теобромина;
- m - количина какао-маслаца у узорку какао масе, у %;
- v - количина воде у узорку какао-масае, у %;
- KD - суви и безмасни какао-делови у узорку за анализу, у %

Пример израчунавања

$$\begin{aligned} T_1 &= 0,56\% \\ T_m &= 1,51\% \\ M &= 53,28\% \\ V &= 1,58\% \\ KD &= \frac{0,56 \cdot 100}{1,51} - (53,28 + 1,58) \\ KD &= 16,74\% \end{aligned}$$

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 3% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 3%, поступак се мора поновити.

18. Одређивање киселости тврђих бомбона

П р и н ц и п

Уситњени узорак бомбона раствори се у врућој дестилованој води, раствор се охлади и титрира раствором натријум-хидроксида.

П р и б о р

Користи се следећи прибор:

- 1) неглазирани порцулански тарионик с тучком;
- 2) вага са тачношћу $\pm 0,1$ mg;
- 3) уобичајени лабораторијски прибор.

Р е а г е н с и

Као реагенси се користе:

- 1) раствор натријум-хидроксида, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l;
- 2) мешани индикатор рН вредности од 0,2 до 1,8 у киселом, а од 7 до 8 у алкалном подручју.

Мешани индикатор се припрема на следећи начин:

а) у тарионику се уситни крезол-црвено, одмери се 0,1 g у одмерну тиквицу запремине 100 ml, дода се 2,65 ml раствора натријум-хидроксида и до ознаке допуни дестилованом водом;

б) у тарионику се уситни тимол-плаво, одмери се у тиквицу 0,3 g, дода се 4,65 ml раствора натријум-хидроксида и до 300 ml допуни дестилованом водом.

Та два раствора се помешају и чине мешани индикатор.

П о с т у п а к

Бомбоне се добро уситне у тарионику и одмери се 3 g са тачношћу $\pm 0,1$ mg у одмерну тиквицу запремине 250 ml. Дода се вруће дестиловане воде да би се узорак бомбона растворио, охлади се и до ознаке допуни дестилованом водом. Отпипетира се 100 ml тог раствора у ерленмајер-тиквицу запремине 250 ml, дода три капи мешаног индикатора и титрира раствором натријум-хидроксида, док боја не пређе у интензивно плаву.

И з р а ч у н а в а њ е

Киселост у тврђим бомбонама изражава се у процентима одговарајуће киселине, а израчунава се према формули:

$$K (\%) = \frac{a \cdot f \cdot 2,5 \cdot F}{c} \cdot 100$$

где је:

a - утрошена запремина натријум-хидроксида, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l за титрацију, у ml;

c - маса узорка за анализу у g;

K - киселост тврђих бомбона, у процентима одговарајуће киселине;

F - фактор корекције концентрације;

f - фактор за прерачунавање:
- за лимунску киселину:

1 ml раствора натријум-хидроксида $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l одговара 0,0064 g;

- за винску киселину:

1 ml раствора натријум-хидроксида $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l одговара 0,0075 g;

- за јабучну киселину:

1 ml раствора натријум-хидроксида $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l одговара 0,0067 g.

П р е з и з н о с т м е т о д е

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

19. Одређивање скроба по Еверсу (Ewers) - полариметријска метода

П р и н ц и п

Скроб показује високу оптичку активност, па се на основу тога одређује полариметријски пошто се скроб претходно преведе у растворљиво стање, хидролизом са киселином.

П р и б о р

Користи се следећи прибор:

- 1) водено купатило;
- 2) полариметар.

Као извор светлости служи натријумова светиљка или живина светиљка. Ако се користи живина светиљка, добијене вредности се прерачунавају на натријумову D линију - множењем фактором 0,8492;

3) вага са тачношћу $\pm 0,1$ mg;

4) уобичајени лабораторијски прибор.

Р е а г е н с и

Као реагенси се користе:

1) раствор хлороводоничне киселине, 1,125% (m/m) односно $C(\text{HCl}) = 0,31$ mol/l. У одмерну тиквицу запремине 1000 ml одмери се 26,6 ml 36%-не хлороводоничне киселине (густине 1,18 g/ml), и до ознаке допуни дестилованом водом.

Пожељно је да се ради са свежим раствором и да се концентрација контролише титрацијом са 25 ml натријум-хидроксида $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l, уз метил-црвено као индикатор;

2) раствор фосфоволфрамове киселине, 4% (m/v).

П р и п р е м а њ е у з о р к а

Ако узорак садржи растворљиве угљене хидрате, маси или восак, он се мора припремити на следећи начин: 5 g узорка измерених са тачношћу $\pm 0,01$ g пренесе се квантитативно у Бихнеров левак (Büchner) чије је дно прекривено сувим филтрир-папиром изрезаним тако да добро прекрива дно и прилеже уз стране левка. Филтрир-папир се претходно навлажи са неколико капи дестиловане воде.

Узорак у леваку се испере пет пута са по 50 ml дестиловане воде до температуре од 40 до 50 °C, уз одсисавање преко боце сисалке. После тога испере се три пута са по 50 ml алкохола и на исти начин етром.

Расхлађена маса се квантитативно пренесе у одмерну тиквицу 100 ml и поступи као под а).

П о с т у п а к

а) У одмерну тиквицу запремине 100 ml одмери се помоћу левка 5 g узорка са тачношћу $\pm 0,1$ mg и помоћу клипне пипете дода 25 ml 1,124%-не (m/m) хлороводоничне киселине, добро промућка да се одстране евентуалне грудвице и са нових 25 ml исте киселине исперу левак и грло тиквице. Пажљиво се промеша и тиквица урони у кључало водено купатило таквог капацитета да вода после уроњавања тиквице не престане да кључа.

Уколико то није случај, кључање се рачуна од момента кад вода поново почне да кључа (максимум 1 min).

Тиквица мора бити уроњена у водено купатило тачно 15 min. Температура купатила мора износити 95 °C, што се контролише уроњеним термометром. У току прва три минута тиквица се неколико пута опрезно промућка, али се не вади из воде.

После тачно 15 min тиквица се извади из воденог купатила, дода се око 10 ml хладне дестиловане воде и охлади на 20 °C под млазом хладне воде. Дода се 10 ml фосфоволфрамове киселине, до ознаке допуни дестилованом водом, промеша и после неколико минута (док се талог не слегне), филтрира преко сувог филтрир-папира (плава врпца) или другог филтрир-папира одговарајуће порозности. Прве капи филтрата се одстране.

Филтрат мора бити потпуно бистар и одмах се одреди угао скретања.

Израчунавање

$$\text{скроб, (\%)} = \frac{100 \cdot d \cdot 100}{1 \cdot A \cdot c}$$

где је:

d - очитани угао скретања, у степенима;
A - специфични угао скретања, у степенима;
l - дужина полариметријске цеви, у dm;
c - маса узорка узетог за анализу, у µg.

Пример израчунавања:

d = 13,5°
A = 182,7°
l = 2 dm
c = 5,000 µg

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

Специфични угао скретања за поједине врсте скроба је следећи:

пшеница	182,7°	кукуруз	184,6°
јечам	181,5°	овас	181,3°
кромпир	185,5°	пиринач	185,9°
раж	184,0°		

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 1,5% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 1,5%, поступак се мора поновити.

20. Одређивање растворљивих састојака у гуменим бомбонама

Принцип

Метода се заснива на механичком третирању гумених бомбона у топлој води, при чему се растворљиви састојци одстране, а нерастворљиви, после испирања и сушења, мере.

Прибор

Као прибор се користе:

- 1) вага са тачношћу ± 0,1 mg;
- 2) сушница;
- 3) ексикатор са средством за сушење;
- 4) уобичајени лабораторијски прибор.

Поступак

У чашу запремине 150 ml са штапићем одмери се 10 g узорка са тачношћу ± 0,1 mg (претходно се чаша са штапићем суши у сушници на 105 °C до константне масе). Дода се 50 ml топле дестиловане воде температуре 40 до 60 °C и омекшали узорак гњечи стакленим штапићем 40 s. Вода се затим декантује, при чему се води рачуна да се не изгуби део узорка, а поступак испирања понови се на исти начин 15 пута.

После 15. испирања, чаша са штапићем и нерастворљивим састојцима суши се 4 h у сушници на температури 105 °C, а затим охлади у ексикатору и мери.

Израчунавање

Количина растворљивих састојака израчунава се према формули:

$$RS = 100 - NS$$

$$NS = \frac{a}{c} \cdot 100$$

где је:

RS - количина растворљивих састојака, у %;
NS - количина нерастворљивих састојака, у %;
a - маса нерастворљивих састојака, у g;
c - маса узорка узетог за анализу, у g.

Гумене бомбоне, због хигроскопности, морају се брзо мерити.

Температура воде мора се подесити на 40 до 60 °C тако да не буде ни нижа ни виша од те вредности, јер у првом случају гумене бомбоне неће омекшати, а у другом ће се распасти.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% од утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

21. Одређивање натријум-хлорида у трајном сланом пениу, по Мору (Mohr)

Принцип

Натријум-хлорид екстрахује се водом из готовог производа и титрира раствором сребро-нитрата.

Прибор

Користи се следећи прибор:

- 1) аналитичка вага са тачношћу ± 0,1 mg;
- 2) одмерне тиквице, запремине 100 ml;
- 3) бирете, запремине 50 ml;
- 4) филтрир-папир, наборани;
- 5) чаша, запремине 100 ml;
- 6) стаклени левак, пречника 10 cm;
- 7) ерленмајер - тиквица, запремине 100 ml.

Реагенси

Као реагенси се користе:

- 1) раствор индикатора: хладни засићен раствор калијум-бромата, (K₂CrO₄);
- 2) раствор сребро-нитрата, c(AgNO₃) = 0,1 mol/l;
- 3) раствор натријум-хидроксида, c(NaOH) = 0,1 mol/l;
- 4) раствор натријум-хидроксида, c(NaOH) = 0,01 mol/l.

Поступак

Од припремљеног уситњеног узорка одмери се 2 g, са тачношћу ± 0,1 mg, у чашу запремине 100 ml, квантитативно пребаци у одмерну тиквицу запремине 100 ml, а чаша испере са 30 до 40 ml дестиловане воде. Све се добро промеша и тиквица 15 min остави у кључалој води. После хлађења под млазом хладне воде, допуни се до ознаке и филтрира. Затим се 25 ml бистрог филтрата отипетира у ерленмајер-тиквицу запремине 100 ml.

Ако филтрат са лакмусом реагује кисело, треба га опрезно неутралисати разређеним раствором натријум-хидроксида, c(NaOH) = 0,01 mol/l. Филтрату се додају две капи засићеног раствора калијум-хромата (као индикатора) и титрира раствором c(AgNO₃) = 0,1 mol/l док се не појава црвенкаста боја.

Израчунавање

Натријум-хлорид се изражава у процентима (m/m) и израчунава се по следећој формули:

$$\text{натријум-хлорид (\%)} = \frac{4 \cdot a \cdot 0,0058F}{c} \cdot 100$$

a = запремина утрошеног раствора сребро-нитрата, у ml;

c = маса узорка узета за анализу, у g.

1 ml раствора сребро-нитрата c(AgNO₃) = 0,1 mol/l одговара 0,0058 g NaOH;

F = фактор концентрације.

Прецизност методе

Разлика између резултата два упоредна одређивања, сходно члану 6. став 2. овог правилника, не сме бити већа од 5% утврђене средње вредности (релативна дисперзија).

Ако је разлика већа од 5%, поступак се мора поновити.

Листа I

Прибор и амбалажа за узимање узорака какао-производа, производа сличних чоколади, бомбонских производа, крем-производа, кекса и производа сродних кексу:

1) ручна сонда (тробојац) - за узимање узорака зрнастих и прашкастих материја из врећа;

2) продужна сонда (вагонска) - за узимање узорака зрнастих производа у расутом стању, из вагона, бродова и складишта;

3) сонда по Нову - за узимање узорака зрнасте структуре при претовару, ако се претовар обавља у виду млаза;

4) сонда за маст, олучаста, за узимање узорака масти из бачава и слично;

5) лопатица, метална;

6) кухињски нож;

7) маказе обичне, скалпел, пинцета;

8) лупа;

9) метални печат надлежног органа управе;

10) боце (беле медицинске), запремине 500 ml с плутаним затварачем;

11) стаклене боце са широким грлом, запремине 500 ml и с плутаним затварачем или другим погодним затварачем;

12) стаклене боце запремине 100 ml, са широким грлом и одговарајућим затварачем;

13) плутани затварачи разних величина;

14) пергамент-папир у арцима;

15) пластичне или алуминијумске фолије;

16) папирне вреће за паковање масе од 0,5; 1; 2 и 3 kg;

17) вреће од пластичних маса за паковање масе од 0,5; 1; 2 и 3 kg;

18) папир у арцима;

19) узица за везивање, тања и дебља;

20) картонска кутија;

21) печатни восак или пломба са жигом;

22) шпиритусна светиљка, свеча или мали бутан-горњик;

23) шпиритус за гориво;

24) налепнице (етикете) разних величина - самодепљиве;

25) платнене вреће за паковање масе од 2 и 5 kg.

Таблица за одређивање редукујућих шећера по Луф-Шурлу (Luff Schoorlu)

Таблица I

(a-b)	инвертни шећер	анхидрид лактозе	малтоза
ml	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

(a-b)	инвертни шећер	анхидрид лактозе	малтоза
ml	mg	mg	mg
2,9	7,0	10,6	11,3
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
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	21,9	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

(a-b)	инвертни шећер	анхидрид лактозе	малтоза	(a-b)	инвертни шећер	анхидрид лактозе	малтоза
ml	mg	mg	mg	ml	mg	mg	mg
10,2	25,5	37,8	40,3	17,5	45,7	65,8	70,1
10,3	25,8	38,1	40,7	17,6	45,9	66,1	70,5
10,4	26,0	38,5	41,1	17,7	46,2	66,5	70,9
10,5	26,3	38,9	41,5	17,8	46,5	66,9	71,4
10,6	26,6	39,3	41,9	17,9	46,8	67,3	71,8
10,7	26,8	39,7	42,3	18,0	47,1	67,7	72,2
10,8	27,1	40,0	42,7	18,1	47,4	68,1	72,6
10,9	27,3	40,4	43,1	18,2	47,7	68,5	73,1
11,0	27,6	40,8	43,5	18,3	48,0	68,9	73,5
11,1	27,9	41,2	43,9	18,4	48,3	69,3	73,9
11,2	28,1	41,6	44,3	18,5	48,6	69,7	74,4
11,3	28,4	41,9	44,7	18,6	48,8	70,1	74,8
11,4	28,7	42,3	45,1	18,7	49,1	70,5	75,2
11,5	29,0	42,7	45,5	18,8	49,4	70,9	75,6
11,6	29,2	43,1	45,9	18,9	49,7	71,3	76,1
11,7	29,5	43,5	46,3	19,0	50,0	71,7	76,5
11,8	29,8	43,8	46,7	19,1	50,3	72,1	76,9
11,9	30,0	44,2	47,1	19,2	50,6	72,5	77,4
12,0	30,3	44,6	47,5	19,3	50,9	72,9	77,8
12,1	30,6	45,0	47,9	19,4	51,2	73,3	78,2
12,2	30,8	45,4	48,3	19,5	51,5	73,7	78,7
12,3	31,1	45,7	48,7	19,6	51,8	74,1	79,1
12,4	31,4	46,1	49,1	19,7	52,1	74,5	79,6
12,5	31,7	46,5	49,6	19,8	52,4	74,9	80,0
12,6	31,9	46,9	50,0	19,9	52,7	75,3	80,5
12,7	32,2	47,3	50,4	20,0	53,0	75,7	80,9
12,8	32,5	47,6	50,8	20,1	53,3	76,1	81,4
12,9	32,7	48,0	51,2	20,2	53,6	76,5	81,8
13,0	33,0	48,4	51,6	20,3	53,9	76,9	82,3
13,1	33,3	48,8	52,0	20,4	54,2	77,3	82,7
13,2	33,5	49,2	52,4	20,5	54,5	77,8	83,2
13,3	33,8	49,5	52,8	20,6	54,8	78,2	83,6
13,4	34,1	49,9	53,2	20,7	55,1	78,6	84,1
13,5	34,4	50,9	53,7	20,8	55,4	79,0	84,5
13,6	34,6	50,7	54,1	20,9	55,7	79,4	85,0
13,7	34,9	51,1	54,5	21,0	56,0	79,8	85,4
13,8	35,2	51,4	54,9	21,1	56,3	80,2	85,9
13,9	35,4	51,8	55,3	21,2	56,6	80,6	86,3
14,0	35,7	52,2	55,7	21,3	56,9	81,0	86,8
14,1	36,0	52,6	56,1	21,4	57,2	81,4	87,2
14,2	36,3	53,0	56,5	21,5	57,6	81,9	87,7
14,3	36,5	53,3	56,9	21,6	57,9	82,3	88,2
14,4	36,8	53,7	57,3	21,7	58,2	82,7	88,6
14,5	37,1	54,1	57,8	21,8	58,5	83,1	89,1
14,6	37,4	54,5	58,2	21,9	58,8	83,5	89,5
14,7	37,7	54,9	58,6	22,0	59,1	83,9	90,0
14,8	37,9	55,2	59,0	22,1	59,4	84,3	90,5
14,9	38,2	55,6	59,4	22,2	59,7	84,7	90,9
15,0	38,5	56,0	59,8	22,3	60,0	85,1	91,4
15,1	38,8	56,4	60,2	22,4	60,3	85,5	91,8
15,2	39,1	56,8	60,6	22,5	60,7	86,0	92,3
15,3	39,3	57,2	61,0	22,6	61,0	86,4	92,8
15,4	39,6	57,6	61,4	22,7	61,3	86,8	93,2
15,5	39,9	58,0	61,9	22,8	61,6	87,2	93,7
15,6	40,2	58,3	62,3	22,9	61,9	87,6	94,1
15,7	40,5	58,7	62,7	23,0	62,2	88,0	94,6
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				

Табела II

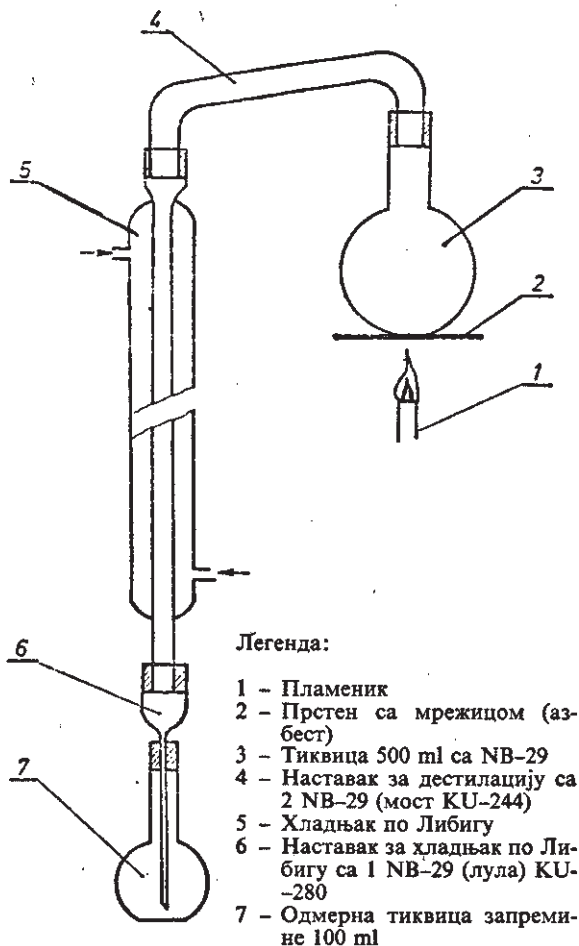
Одређивање садржаја етанола у смеши етанол-вода из густине на 20 °/20 °C - по К. Rauscheru и Ј. Vpigtu [50]

ρ	Етанол			ρ	Етанол		
	запремина g у 100				запремина g у 100		
	%	%	cm³		%	%	cm³
	m/m	V/V		m/m	V/V		
0,9999	0,06	0,07	0,05	0,9969	1,67	2,11	1,66
8	0,11	0,13	0,11	8	1,73	2,18	1,72
7	0,16	0,20	0,16	7	1,78	2,24	1,77

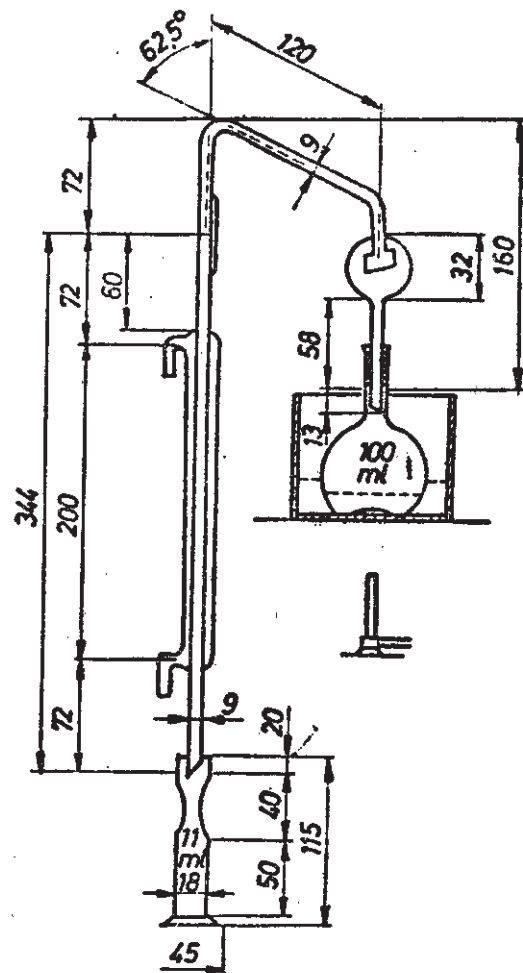
Етанол				Етанол				Етанол				Етанол			
ρ	запремина g у 100			ρ	запремина g у 100			ρ	запремина g у 100			ρ	запремина g у 100		
	%	%	cm ³		%	%	cm ³		%	%	cm ³		%	%	cm ³
	m/m	V/V			m/m	V/V			m/m	V/V			m/m	V/V	
6	0,21	0,27	0,21	6	1,83	2,31	1,83	4	7,44	9,29	7,27	4	9,49	11,81	9,33
5	0,27	0,34	0,27	5	1,89	2,38	1,88	3	7,51	9,37	7,40	3	9,56	11,90	9,40
4	0,32	0,40	0,32	4	1,94	2,45	1,94	2	7,58	9,46	7,46	2	9,63	11,99	9,46
3	0,37	0,47	0,37	3	2,00	2,52	1,99	1	7,64	9,54	7,53	1	9,70	12,07	9,53
2	0,43	0,54	0,43	2	2,06	2,59	2,05	0	7,71	9,62	7,59	0	9,77	12,16	9,60
1	0,48	0,61	0,48	1	2,11	2,66	2,10	0,9869	7,77	9,70	7,66	0,9839	9,84	12,24	9,67
0	0,53	0,67	0,53	0	2,17	2,73	2,16	8	7,84	9,78	7,72	8	9,91	12,33	9,73
0,9989	0,59	0,74	0,58	0,9959	2,22	2,80	2,21	7	7,91	9,87	7,79	7	9,98	12,41	9,80
8	0,64	0,81	0,64	8	2,28	2,88	2,27	6	7,98	9,95	7,85	6	10,05	12,50	9,87
7	0,70	0,88	0,69	7	2,34	2,95	2,33	5	8,04	10,03	7,92	5	10,12	12,59	9,94
6	0,75	0,94	0,74	6	2,40	3,02	2,38	4	8,11	10,11	7,99	4	10,20	12,68	10,01
5	0,80	1,01	0,80	5	2,45	3,09	2,44	3	8,18	10,20	8,05	3	10,27	12,77	10,08
4	0,86	1,08	0,85	4	2,50	3,16	2,49	2	8,24	10,28	8,12	2	10,34	12,86	10,15
3	0,91	1,15	0,90	3	2,56	3,23	2,55	1	8,31	10,37	8,19	1	10,42	12,95	10,22
2	0,96	1,21	0,96	2	2,62	3,30	2,61	0	8,38	10,45	8,25	0	10,49	13,04	10,29
1	1,01	1,28	1,01	1	2,68	3,37	2,66	0,9859	8,45	10,54	8,32	0,9829	10,56	13,13	10,36
0	1,07	1,35	1,06	0	2,73	3,44	2,72	8	8,52	10,62	8,39	8	10,63	13,21	10,43
0,9979	1,13	1,42	1,12	0,9949	2,79	3,52	2,78	7	8,59	10,71	8,45	7	10,70	13,30	10,50
8	1,18	1,49	1,17	8	2,85	3,59	2,83	6	8,66	10,79	8,52	6	10,78	13,39	10,57
7	1,24	1,56	1,23	7	2,91	3,66	2,89	5	8,73	10,88	8,59	5	10,85	13,48	10,64
6	1,29	1,62	1,28	6	2,97	3,73	2,94	4	8,80	10,96	8,65	4	10,93	13,57	10,71
5	1,34	1,69	1,34	5	3,02	3,80	3,00	3	8,87	11,05	8,72	3	11,00	13,66	10,78
4	1,40	1,76	1,39	4	3,08	3,87	3,06	2	8,94	11,13	8,79	2	11,08	13,75	10,85
3	1,45	1,83	1,45	3	3,14	3,95	3,12	1	9,01	11,22	8,85	1	11,15	13,84	10,92
2	1,51	1,90	1,50	2	3,20	4,02	3,17	0	9,08	11,30	8,92	0	11,22	13,93	10,99
1	1,56	1,97	1,55	1	3,26	4,10	3,23	0,9819	11,29	14,02	11,06	0,9789	13,54	16,76	13,23
0	1,62	2,04	1,61	0	3,32	4,17	3,29	8	11,37	14,11	11,14	8	13,61	16,85	13,30
0,9939	3,37	4,24	3,35	0,9909	5,19	6,50	5,13	7	11,44	14,20	11,21	7	13,69	16,95	13,38
8	3,43	4,32	3,41	8	5,25	6,50	5,19	6	11,51	14,29	11,28	6	13,77	17,04	13,45
7	3,49	4,39	3,47	7	5,32	6,66	5,26	5	11,59	14,38	11,35	5	13,84	17,13	13,45
6	3,55	4,47	3,52	6	5,38	6,74	5,32	4	11,66	14,47	11,42	4	13,92	17,23	13,60
5	3,61	4,54	3,58	5	5,44	6,81	5,38	3	11,73	14,56	11,49	3	14,00	17,32	13,67
4	3,67	4,62	3,64	4	5,50	6,89	5,44	2	11,81	14,65	11,57	2	14,08	17,41	13,74
3	3,73	4,69	3,70	3	5,56	6,97	5,50	1	11,88	14,74	11,64	1	14,16	17,51	13,82
2	3,79	4,76	3,76	2	5,62	7,05	5,56	0	11,95	14,83	11,71	0	14,23	17,60	13,89
1	3,85	4,84	3,82	1	5,68	7,12	5,62	0,9809	12,03	14,92	11,78	0,9779	14,31	17,70	13,97
0	3,91	4,91	3,87	0	5,75	7,20	5,68	8	12,10	15,01	11,85	8	14,39	17,79	14,04
0,9929	3,97	4,99	3,93	0,9899	5,82	7,28	5,75	7	12,18	15,10	11,92	7	14,46	17,88	14,12
8	4,03	5,06	3,99	8	5,88	7,36	5,81	6	12,25	15,19	12,00	6	14,54	17,98	14,19
7	4,09	5,14	4,14	7	5,94	7,43	5,87	5	12,33	15,29	12,07	5	14,62	18,07	14,27
6	4,15	5,21	4,11	6	6,00	7,51	5,93	4	12,41	15,38	12,14	4	14,69	18,16	14,34
5	4,21	5,29	4,17	5	6,07	7,59	5,99	3	12,48	15,47	12,21	3	14,77	18,26	14,42
4	4,27	5,36	4,23	4	6,13	7,67	6,05	2	12,55	15,56	12,29	2	14,85	18,35	14,49
3	4,34	5,44	4,29	3	6,20	7,75	6,12	1	12,63	15,65	12,36	1	14,93	18,45	14,57
2	4,40	5,51	4,35	2	6,26	7,83	6,18	0	12,70	15,74	12,43	0	15,01	18,54	14,64
1	4,46	5,59	4,41	1	6,32	7,91	6,24	0,9799	12,77	15,84	12,50	0,9769	15,08	18,63	14,71
0	4,52	5,67	4,47	0	6,39	7,99	6,31	8	12,86	15,93	12,58	8	15,16	18,73	14,79
0,9919	4,58	5,74	4,53	0,9889	6,45	8,07	6,37	7	12,93	16,02	12,65	7	15,24	18,82	14,86
8	4,64	5,82	4,59	8	6,52	8,15	6,43	6	13,01	16,11	12,72	6	15,32	18,91	14,93
7	4,70	5,89	4,65	7	6,59	8,24	6,50	5	13,08	16,20	12,79	5	15,40	19,01	15,01
6	4,76	5,97	4,71	6	6,66	8,32	6,56	4	13,16	16,30	12,87	4	15,47	19,10	15,08
5	4,82	6,04	4,77	5	6,72	8,40	6,62	3	13,24	16,39	12,94	3	15,54	19,19	15,15
4	4,88	6,12	4,83	4	6,78	8,48	6,69	2	13,31	16,48	13,01	2	15,62	19,28	15,22
3	4,94	6,19	4,89	3	6,85	8,56	6,75	1	13,39	16,58	13,09	1	15,70	19,38	15,30
2	5,00	6,27	4,95	2	6,91	8,64	6,81	0	13,47	16,67	13,16	0	15,78	19,47	15,37
1	5,07	6,35	5,01	1	6,98	8,72	6,88	0,9759	15,85	19,56	15,44	0,9729	18,15	22,23	17,62
0	5,13	6,43	5,00	0	7,04	8,80	6,94	8	15,93	19,66	15,52	8	18,23	22,42	17,70
0,9879	7,11	8,88	7,01	0,9849	9,15	11,39	8,99	7	16,01	19,75	15,59	7	18,30	22,51	17,77
8	7,18	8,96	7,07	8	9,21	11,47	9,06	6	16,08	19,84	15,66	6	18,38	22,60	17,84
7	7,25	9,05	7,14	7	9,28	11,56	9,12	5	16,16	19,93	15,74	5	18,45	22,69	17,91
6	7,31	9,13	7,20	6	9,35	11,64	9,19	4	16,23	20,02	15,81	4	18,53	22,78	17,98
5	7,38	9,21	7,27	5	9,42	11,73	9,26	3	16,31	20,12	15,88	3	18,61	22,88	18,06
								2	16,39	20,21	15,96	2	18,68	22,97	18,13

P	Етанол			P	Етанол			P	Етанол			P	Етанол		
	запремина g у 100				запремина g у 100				запремина g у 100				запремина g у 100		
	% m/m	% v/v	cm ³		% m/m	% v/v	cm ³		% m/m	% v/v	cm ³		% m/m	% v/v	cm ³
1	16,46	20,30	16,03	1	18,76	23,06	18,20	0,9629	25,30	30,81	24,32	0,9599	27,24	33,07	26,10
0	16,54	20,39	16,10	0	18,83	23,15	18,27	8	25,37	30,89	24,38	8	27,30	33,14	26,16
0,9749	16,61	20,48	16,16	0,9719	18,91	23,24	18,35	7	25,43	30,96	24,44	7	27,37	33,22	26,22
8	16,69	20,57	16,25	8	18,98	23,33	18,42	6	25,50	31,04	24,50	6	27,43	33,29	26,28
7	16,77	20,67	16,32	7	19,06	23,42	18,49	5	25,57	31,12	24,57	5	27,50	33,36	26,34
6	16,85	20,76	16,39	6	19,14	23,51	18,56	4	25,64	31,20	24,63	4	27,56	33,44	26,39
5	16,92	20,85	16,47	5	19,21	23,60	18,63	3	25,70	31,27	24,69	3	27,62	33,51	26,45
4	16,99	20,94	16,54	4	19,29	23,69	18,70	2	25,77	31,35	24,75	2	27,68	33,58	26,51
3	17,07	21,03	16,61	3	19,36	23,78	18,77	1	25,83	31,43	24,81	1	27,75	33,66	26,57
2	17,15	21,13	16,68	2	19,44	23,87	18,84	0	25,90	31,51	24,87	0	27,81	33,73	26,63
1	17,23	21,22	16,76	1	19,51	23,96	18,91	0,9619	25,96	31,58	24,93	0,9589	27,87	33,80	26,68
0	17,30	21,31	16,83	0	19,58	24,04	18,98	8	26,03	31,66	24,99	8	27,94	33,88	26,74
0,9739	17,38	21,41	16,90	0,9709	19,66	24,13	19,05	7	26,09	31,73	25,05	7	28,00	33,95	26,80
8	17,46	21,50	16,97	8	19,73	24,22	19,12	6	26,16	31,81	25,11	6	28,06	34,02	26,86
7	17,53	21,59	17,05	7	19,81	24,31	19,19	5	26,22	31,88	25,17	5	28,13	34,09	26,91
6	17,61	21,68	17,12	6	19,88	24,40	19,26	4	26,29	31,96	25,23	4	28,19	34,16	26,97
5	17,69	21,78	17,19	5	19,96	24,49	19,33	3	26,35	32,03	25,28	3	28,25	34,23	27,02
4	17,77	21,87	17,26	4	20,03	24,58	19,40	2	26,42	32,11	25,34	2	28,32	34,31	27,08
3	17,84	21,96	17,34	3	20,11	24,67	19,47	1	26,48	32,18	25,40	1	28,38	34,38	27,14
2	17,93	22,06	17,41	2	20,18	24,75	19,54	0	26,55	32,26	25,46	0	28,44	34,45	27,19
1	18,00	22,15	17,48	1	20,25	24,84	19,61	0,9579	28,50	34,52	27,25	0,9549	30,32	36,61	28,89
0	18,08	22,24	17,55	0	20,32	24,93	19,68	8	28,56	34,59	27,30	8	30,37	36,67	28,95
0,9699	20,40	25,02	19,75	0,9669	22,55	27,57	21,77	7	28,62	34,66	27,36	7	30,43	36,74	29,00
8	20,47	25,10	19,82	8	22,62	27,66	21,84	6	28,68	34,73	27,41	6	30,49	36,81	29,05
7	20,54	25,19	19,89	7	22,69	27,74	21,90	5	28,74	34,80	27,47	5	30,55	36,87	29,11
6	20,62	25,28	19,95	6	22,77	27,83	21,97	4	28,81	34,88	27,53	4	30,61	36,94	29,16
5	20,69	25,36	20,02	5	22,84	27,91	22,03	3	28,87	34,95	27,58	3	30,67	37,01	29,21
4	20,76	25,45	20,09	4	22,91	27,99	22,10	2	28,93	35,02	27,64	2	30,72	37,07	29,27
3	20,84	25,54	20,16	3	22,98	28,08	22,16	1	28,99	35,09	27,69	1	30,78	37,14	29,32
2	20,91	25,63	20,23	2	23,05	28,16	22,23	0	29,05	35,16	27,75	0	30,84	37,21	29,37
1	20,98	25,71	20,30	1	23,12	28,24	22,29	0,9569	29,11	35,23	27,81	0,9539	30,90	37,28	29,42
0	21,06	25,80	20,37	0	23,19	28,32	22,36	8	29,15	35,30	27,86	8	30,96	37,34	29,48
0,9689	21,13	25,89	20,44	0,9659	23,26	28,41	22,42	7	29,23	35,37	27,92	7	31,02	37,41	29,53
8	21,20	25,97	20,50	8	23,33	28,49	22,49	6	29,30	35,44	27,93	6	31,08	37,48	29,58
7	21,27	26,06	20,57	7	23,40	28,57	22,55	5	29,36	35,51	28,03	5	31,13	37,54	29,63
6	21,34	26,14	20,64	6	23,46	28,65	22,62	4	29,42	35,58	28,08	4	31,19	37,61	29,69
5	21,42	26,23	20,71	5	23,53	28,73	22,68	3	29,48	35,65	28,14	3	31,25	37,67	29,74
4	21,49	26,31	20,77	4	23,60	28,82	22,74	2	29,54	35,72	28,19	2	31,31	37,74	29,79
3	21,56	26,40	20,84	3	23,67	28,90	22,81	1	29,60	35,78	28,25	1	31,36	37,80	29,84
2	21,63	26,48	20,91	2	23,74	28,98	22,87	0	29,66	35,85	28,30	0	31,42	37,87	29,90
1	21,70	26,57	20,97	1	23,81	29,06	22,94	0,9559	29,72	35,92	28,36	0,9529	31,48	37,93	29,95
0	21,77	26,65	21,04	0	23,88	29,15	23,00	8	29,78	35,99	28,41	8	31,54	38,00	30,00
0,9679	21,85	26,74	21,11	0,9649	23,95	29,23	23,07	7	29,84	36,06	28,47	7	31,60	38,07	30,05
8	21,92	26,82	21,18	8	24,02	29,31	23,13	6	29,90	36,13	28,52	6	31,65	38,13	30,10
7	21,99	26,91	21,24	7	24,09	29,39	23,19	5	29,96	36,20	28,58	5	31,71	38,20	30,16
6	22,06	26,99	21,31	6	24,16	29,47	23,26	4	30,02	36,27	28,63	4	31,77	38,26	30,21
5	22,13	27,07	21,38	5	24,23	29,55	23,32	3	30,08	36,34	28,68	3	31,83	38,33	30,26
4	22,20	27,16	21,44	4	24,30	29,63	23,38	2	30,14	36,40	28,74	2	31,88	38,39	30,31
3	22,27	27,24	21,51	3	24,36	29,71	23,45	1	30,20	36,47	28,79	1	31,94	38,46	30,37
2	22,34	27,32	21,57	2	24,43	29,79	23,51	0	30,26	36,54	28,84	0	32,00	38,52	30,42
1	22,41	27,41	21,64	1	24,50	29,87	23,57	0,9519	32,06	38,59	30,47	0,9489	33,73	40,48	31,95
0	22,48	27,49	21,70	0	24,56	29,94	23,64	8	32,11	38,65	30,52	8	33,79	40,54	32,00
0,9639	24,63	30,02	23,70	0,9609	26,61	32,33	25,52	7	32,17	38,72	30,57	7	33,84	40,60	32,05
8	24,70	30,10	23,76	8	26,67	32,40	25,58	6	32,23	38,78	30,62	6	33,90	40,67	32,10
7	24,77	30,18	23,83	7	26,74	32,48	25,64	5	32,38	38,84	30,67	5	33,96	40,73	32,15
6	24,83	30,26	23,89	6	26,80	32,55	25,70	4	32,34	38,91	30,72	4	34,01	40,79	32,20
5	24,90	30,34	23,95	5	26,86	32,63	25,75	3	32,39	38,97	30,77	3	34,06	40,85	32,25
4	24,97	30,42	24,02	4	26,92	32,70	25,81	2	32,45	39,03	30,82	2	34,12	40,91	32,29
3	25,04	30,50	24,08	3	26,99	32,78	25,87	1	32,51	39,10	30,87	1	34,17	40,97	32,34
2	25,11	30,58	24,14	2	27,05	32,85	25,93	0	32,57	39,16	30,91	0	34,23	41,03	32,39
1	25,17	30,65	24,20	1	27,12	32,92	25,99	0,9509	32,63	39,23	30,96	0,9479	34,28	41,09	32,44
0	25,23	30,73	24,26	0	27,18	33,00	26,05	8	32,68	39,29	31,01	8	34,33	41,15	32,48
								7	32,73	39,35	31,06	7	34,39	41,21	32,53
								6	32,79	39,42	31,11	6	34,44	41,27	32,58
								5	32,85	39,48	31,16	5	34,49	41,33	32,63
								4	32,90	39,54	31,21	4	34,55	41,39	32,67
								3	32,96	39,61	31,26	3	34,60	41,45	32,72
								2	33,01	39,67	31,31	2	34,66	41,51	32,77
								1	33,07	39,73	31,36	1	34,71	41,57	32,82
								0	33,12	39,79	31,41	0	34,76	41,63	32,86

Етанол				Етанол				Етанол				Етанол			
ρ	запремина g у 100			ρ	запремина g у 100			ρ	запремина g у 100			ρ	запремина g у 100		
	%	%	cm ³		%	%	cm ³		%	%	cm ³		%	%	cm ³
	m/m	v/v			m/m	v/v			m/m	v/v			m/m	v/v	
0,9499	33,18	39,86	31,46	0,9469	34,82	41,69	32,91	0,9339	41,42	48,92	38,62	0,9309	42,87	50,47	39,84
8	33,24	39,92	31,51	8	34,87	41,75	32,96	8	41,47	48,97	38,66	8	42,92	50,52	39,88
7	33,29	39,98	31,56	7	34,92	41,81	33,01	7	41,52	49,02	38,70	7	42,97	50,57	39,92
6	33,35	40,04	31,61	6	34,98	41,87	33,05	6	41,56	49,07	38,74	6	43,01	50,62	39,96
5	33,41	40,11	31,66	5	35,03	41,93	33,10	5	41,61	49,12	38,78	5	43,06	50,67	40,00
4	33,46	40,17	31,71	4	35,09	41,99	33,15	4	41,66	49,18	38,82	4	43,11	50,72	40,04
3	33,52	40,23	31,75	3	35,14	42,05	33,19	3	41,71	49,23	38,86	3	43,15	50,77	40,08
2	33,57	40,29	31,80	2	35,19	42,11	33,24	2	41,76	49,28	38,91	2	43,20	50,82	40,12
1	33,62	40,35	31,85	1	35,24	42,16	33,29	1	41,80	49,33	38,95	1	43,25	50,87	40,16
0	33,68	40,42	31,90	0	35,29	42,22	33,33	0	41,85	49,38	38,99	0	43,30	50,92	40,20
0,9459	35,35	42,28	33,38	0,9429	36,93	44,03	34,76	0,9329	41,90	49,44	39,03	9,9299	43,34	50,97	40,24
8	35,40	42,34	33,42	8	36,98	44,09	34,80	8	41,95	49,49	39,07	8	43,39	51,02	40,28
7	35,45	42,40	33,47	7	37,03	44,15	34,85	7	42,00	49,54	39,11	7	43,44	51,07	40,32
6	35,51	42,46	33,52	6	37,09	44,21	34,89	6	42,05	49,59	39,15	6	43,49	51,12	40,36
5	35,56	42,51	33,56	5	37,14	44,26	34,94	5	42,09	49,64	39,19	5	43,54	51,18	40,40
4	35,61	42,57	33,61	4	37,19	44,32	34,98	4	42,14	49,69	39,23	4	43,59	51,23	40,44
3	35,66	42,63	33,66	3	37,24	44,37	35,03	3	42,19	49,75	39,27	3	43,64	51,28	40,48
2	35,72	42,69	33,70	2	37,29	44,43	35,07	2	42,24	49,80	39,31	2	43,68	51,33	40,52
1	35,77	42,75	33,75	1	37,34	44,48	35,12	1	42,29	49,85	39,35	1	43,73	51,38	40,56
0	35,82	42,81	33,79	0	37,39	44,54	35,16	0	42,34	49,90	39,39	0	43,78	51,43	40,60
0,9449	35,87	42,86	33,84	0,9419	37,44	44,60	35,20	0,9319	42,39	49,95	39,43	0,9289	43,82	51,48	40,64
8	35,93	42,92	33,89	8	37,49	44,65	35,25	8	42,43	50,00	39,47	8	43,87	51,53	40,68
7	35,98	42,98	33,93	7	37,54	44,71	35,29	7	42,48	50,05	39,51	7	43,92	51,58	40,72
6	36,03	43,04	33,98	6	37,59	44,76	35,34	6	42,53	50,11	39,55	6	43,97	51,63	40,76
5	36,08	43,10	34,03	5	37,65	44,82	35,38	5	42,58	50,16	39,60	5	44,01	51,68	40,80
4	36,14	43,16	34,07	4	37,70	44,88	35,42	4	42,63	50,21	39,64	4	44,06	51,73	40,84
3	36,19	43,22	34,12	3	37,75	44,93	35,46	3	42,68	50,26	39,68	3	44,11	51,78	40,88
2	36,24	43,27	34,17	2	37,80	44,99	35,50	2	42,72	50,31	39,72	2	44,16	51,83	40,92
1	36,29	43,33	34,21	1	37,85	45,04	35,55	1	42,77	50,36	39,76	1	44,20	51,88	40,96
0	36,35	43,39	34,25	0	37,90	45,10	35,60	0	42,82	50,41	39,80	0	44,25	51,93	41,00
0,9439	36,40	43,45	34,30	0,9409	37,95	45,15	35,65	0,9279	44,30	51,98	41,03	0,9249	45,69	53,44	42,18
8	36,46	43,51	34,35	8	38,00	45,21	35,69	8	44,35	52,03	41,07	8	45,74	53,49	42,22
7	36,51	43,57	34,39	7	38,05	45,27	35,73	7	44,39	52,08	41,11	7	45,78	53,54	42,26
6	36,56	43,62	34,44	6	38,10	45,32	35,78	6	44,44	52,13	41,15	6	45,83	53,59	42,30
5	36,61	43,68	34,48	5	38,15	45,38	35,82	5	44,49	52,18	41,19	5	45,88	53,64	42,34
4	36,66	43,74	34,53	4	38,20	45,43	35,86	4	44,53	52,23	41,23	4	45,92	53,68	42,38
3	36,72	43,80	34,58	3	38,25	45,49	35,91	3	44,57	52,27	41,27	3	45,97	53,73	42,42
2	36,77	43,86	34,62	2	38,30	45,54	35,95	2	44,62	52,32	41,31	2	46,01	53,78	42,46
1	36,83	43,92	34,67	1	38,35	45,60	35,99	1	44,67	52,37	41,35	1	46,06	53,83	42,50
0	36,88	43,97	34,71	0	38,40	45,65	36,04	0	44,71	52,42	41,39	0	46,11	53,88	42,54
0,9399	38,46	45,71	36,08	0,9369	39,96	47,34	37,37	0,9269	44,76	52,47	41,42	0,9239	46,15	53,92	42,58
8	38,51	45,77	36,13	8	40,01	47,40	37,41	8	44,81	52,52	41,46	8	46,20	53,97	42,62
7	38,56	45,82	36,17	7	40,06	47,45	37,45	7	44,86	52,57	41,50	7	46,24	54,02	42,66
6	38,61	45,88	36,21	6	40,11	47,50	37,49	6	44,91	52,62	41,54	6	46,29	54,07	42,70
5	38,66	45,93	36,26	5	40,15	47,56	37,53	5	44,95	52,67	41,58	5	46,33	54,11	42,74
4	38,71	45,99	36,30	4	40,20	47,61	37,58	4	45,00	52,72	41,62	4	46,38	54,16	42,78
3	38,76	46,04	36,34	3	40,25	47,66	37,62	3	45,05	52,77	41,66	3	46,43	54,21	42,82
2	38,81	46,10	36,39	2	40,30	47,71	37,66	2	45,10	52,82	41,70	2	46,47	54,26	42,86
1	38,86	46,15	36,43	1	40,35	47,77	37,70	1	45,14	52,87	41,74	1	46,52	54,31	42,90
0	38,92	46,21	36,47	0	40,40	47,82	37,74	0	45,18	52,91	41,78	0	46,56	54,35	42,94
0,9389	38,97	46,26	36,52	0,9359	40,45	47,87	37,79	0,9259	45,23	52,96	41,80	0,9229	46,61	54,40	42,98
8	39,02	46,32	36,56	8	40,49	47,92	37,83	8	45,28	53,01	41,84	8	46,66	54,45	43,02
7	39,07	46,37	36,60	7	40,54	47,98	37,87	7	45,32	53,06	41,88	7	46,71	54,50	43,06
6	39,12	46,43	36,64	6	40,59	48,03	37,91	6	45,37	53,11	41,92	6	46,75	54,55	43,10
5	39,17	46,48	36,69	5	40,64	48,08	37,95	5	45,41	53,15	41,96	5	46,80	54,60	43,14
4	39,22	46,54	36,73	4	40,69	48,13	38,00	4	45,46	53,20	42,00	4	46,84	54,65	43,18
3	39,27	46,59	36,78	3	40,74	48,19	38,04	3	45,51	53,25	42,04	3	46,89	54,70	43,22
2	39,32	46,64	36,82	2	40,79	48,24	38,08	2	45,56	53,30	42,08	2	46,93	54,75	43,26
1	39,37	46,70	36,86	1	40,84	48,29	38,12	1	45,60	53,35	42,12	1	46,98	54,80	43,30
0	39,42	46,75	36,90	0	40,89	48,34	38,16	0	45,65	53,40	42,16	0	47,03	54,85	43,34
0,9379	39,47	46,80	36,94	0,9349	40,94	48,40	38,21	0,9219	47,07	54,88	43,22	0,9209	47,53	55,35	43,69
8	39,52	46,86	36,98	8	40,99	48,45	38,25	8	47,11	54,92	43,26	8	47,58	55,40	43,73
7	39,57	46,91	37,03	7	41,03	48,50	38,29	7	47,16	54,97	43,30	7	47,62	55,45	43,77
6	39,62	46,97	37,07	6	41,08	48,55	38,33	6	47,21	55,02	43,34	6	47,66	55,50	43,81
5	39,67	47,02	37,11	5	41,13	48,60	38,37	5	47,26	55,07	43,38	5	47,71	55,55	43,85
4	39,71	47,07	37,15	4	41,18	48,66	38,41	4	47,30	55,11	43,42	4	47,76	55,60	43,89
3	39,76	47,13	37,19	3	41,23	48,71	38,45	3	47,35	55,16	43,46	3	47,81	55,65	43,93
2	39,81	47,18	37,23	2	41,27	48,76	38,49	2	47,39	55,21	43,50	2	47,85	55,70	43,97
1	39,86	47,23	37,27	1	41,32	48,81	38,53	1	47,44	55,26	43,54	1	47,89	55,75	44,01
0	39,91	47,29	37,32	0	41,37	48,86	38,58	0	47,48	55,30	43,58	0	47,94	55,80	44,05



АПАРАТ ЗА МИКРОДЕСТИЛАЦИЈУ
(шема 1)



АПАРАТУРА ЗА ДЕСТИЛАЦИЈУ
(шема 2)

539.

На основу члана 63. став 2. Закона о девизном пословању („Службени лист СФРЈ”, бр. 66/85 и 71/86), Савет гувернера доноси

ОДЛУКУ

О РОКОВИМА И МЕТОДОЛОГИЈИ ЗА ИЗРАДУ ПЛАНОВА ПРИЛИВА И ОДЛИВА ДЕВИЗА БАНАКА ОВЛАШЋЕНИХ ЗА ПОСЛОВЕ СА ИНОСТРАНСТВОМ

1. Банка овлашћена за послове са иностранством – чланица Међубанкарског састанка јединственог девизног тржишта (у даљем тексту: овлашћена банка) доставља Народној банци Југославије, народној банци републике, односно народној банци аутономне покрајине план девизног прилива и одлива у складу са плановима и програмима извоза и увоза организација удруженог рада, који су сачињени на основу података с којима организације удруженог рада располажу.

План прилива и одлива у конвертибилним девизама овлашћена банка доставља месечно, тромесечно, полугодишње и годишње, на образцу број 1, који је одштампан уз ову одлуку и чини њен саставни део.

У плану прилива и одлива девиза исказује се целокупни прилив у конвертибилним девизама по свим основима који ће на рачуне овлашћене банке остварити организације удруженог рада, друга друштвена правна лица, грађани и грађанска правна лица, као и девизни прилив по основу

откупа ефективног страног новца, страних чекова и кредитних писама.

Поред прилива девиза на девизне рачуне, овлашћена банка је дужна да у план прилива и одлива девиза унесе и све новозакључене и неискоришћене робне кредите и друге наменске кредите, које ће организације удруженог рада користити у планском периоду.

У плану прилива и одлива девиза исказује се одлив у конвертибилним девизама са девизних рачуна овлашћене банке због плаћања доспелих обавеза по иностраним кредитима и плаћања организација удруженог рада, друштвених правних лица, грађана и грађанских правних лица, као и девизни одлив по основу преноса на Народну банку Југославије по основу неидентификованог прилива и преноса у складу са одредбама члана 105. Закона о девизном пословању.

2. Планом прилива и одлива девиза овлашћене банке обухватају се планови основних банака у саставу удружене банке, као и планови основних банака за које обављају послове са иностранством и послове на Међубанкарском састанку јединственог девизног тржишта.

3. Износи у плановима прилива и одлива девиза исказују се у хиљадама САД долара, с тим што се прерачунавање врши по средњем курсу 15. у месецу који претходи планском периоду. Износи у прегледу извршења прилива и одлива девиза исказују се у хиљадама САД долара, с тим што се прерачунавање врши по средњем курсу последњег дана планског периода.