

Pravilnik o metodama uzimanja uzoraka i metodama hemijskih i fizičkih analiza radi kontrole kvaliteta sirćeta i razblažene sirćetne kiseline

("Sl. list SFRJ", br. 26/89)

Sadržaj

1. Metode uzimanja uzoraka
2. Metoda hemijskih i fizičkih analiza
 1. Određivanje zapreminske mase na temperaturi 20°C
 2. Određivanje sadržaja etanola na temperaturi 20°C
 3. Određivanje ukupnog ekstrakta (sa invertnim šećerom i bez invertnog šećera)
 4. Određivanje invertnog šećera
 5. Određivanje količine ukupnih kiselina (kao sirćetna kiselina)
 6. Određivanje slobodnog sumpor-dioksida
 7. Određivanje vezanog SO₂
 8. Određivanje pepela
 9. Određivanje alkaliteta pepela
 10. Određivanje veštačkih boja u vinskom sirćetu
 11. Određivanje mravlje kiseline

Član 1

Ovim pravilnikom propisuju se metode uzimanja uzoraka i metode hemijskih i fizičkih analiza radi kontrole kvaliteta sirćeta i razblažene sirćetne kiseline.

Metode kojima se kontroliše kvalitet sirćeta i razblažene sirćetne kiseline (u daljem tekstu: proizvodi) jesu:

- 1) metode uzimanja uzoraka
- 2) metode hemijskih i fizičkih analiza.

Metode iz stava 2. tačka 2. ovog člana odštampane su uz ovaj pravilnik i čine njegov sastavni deo.

Član 2

Metodama uzimanja uzoraka proizvoda iz člana 1. ovog pravilnika utvrđuju se postupci i načini uzimanja uzoraka na kojima se kontroliše kvalitet tih proizvoda, kao i uslovi i postupci za hemijska i fizička ispitivanja proizvoda radi kontrole njihovog kvaliteta.

Član 3

Svi reagensi koji se upotrebljavaju za hemijske analize proizvoda na koje se odnose odredbe ovog pravilnika moraju biti propisane analitičke čistoće, a voda mora biti destilovana.

1. Metode uzimanja uzoraka

Član 4

Uzorci proizvoda uzimaju se:

- 1) u proizvodnji – iz proizvodnih partija,
- 2) u prometu – iz ambalažnih jedinica pošiljke.

Član 5

Uzorke proizvoda, shodno ovom pravilniku, mora da uzima stručno lice.

Član 6

Uzeti uzorak proizvoda za ispitivanje mora predstavljati prosečan sastav celokupne količine proizvoda od koga se uzorak uzima.

Član 7

Pod proizvodnom partijom proizvoda, u smislu ovog pravilnika, podrazumeva se odgovarajuća količina proizvoda iste vrste, odgovarajuće zapremine, sa obaveznom oznakom za identifikaciju. Pod ambalažnim jedinicama proizvoda, u smislu ovog pravilnika, podrazumevaju se utvrđene količine proizvoda iste vrste upakovane u pojedinačna ambalažna pakovanja odgovarajuće zapremine, sa obaveznom oznakom za identifikaciju.

Član 8

Uzorak proizvoda za ispitivanje uzima se u duplikatu, i to jedan za analizu i drugi za superanalizu, s tim da uzorci moraju biti istog sastava i jednake zapremine.

Zapremina jednog uzorka proizvoda za ispitivanje iznosi najmanje 0,5 l.

Član 9

Ako su proizvodi upakovani u originalna pakovanja velike zapremine, uzorak za ispitivanje uzet iz njih pakuje se u staklene ili plastične sudove koji su otporni na kiseline. Sudovi sa uzorkom zatvaraju se plutenim ili plastičnim zatvaračem i označavaju tako da se oznaka ne može lako skinuti ili izbrisati, a zatim se utiskuje službeni pečat ili stavlja plomba.

Ako su proizvodi upakovani u originalne ambalažne jedinice manje zapremine, uzeti uzorak može biti svaka nasumice uzeta pojedinačna jedinica proizvoda.

Član 10

Oznaka na uzorku proizvoda za ispitivanje sadrži sledeće podatke:

- 1) datum uzimanja uzorka proizvoda,
- 2) naziv proizvoda, odnosno trgovačko ime – ako ga proizvod ima,
- 3) firma, odnosno naziv i sedište proizvođača,
- 4) neto-zapremina proizvoda od koje je uzorak uzet,
- 5) neto-zapremina uzorka proizvoda.

Član 11

Stručno lice koje uzima uzorak proizvoda za ispitivanje sačinjava zapisnik o uzimanju uzorka i unosi podatke značajne za rezultat ispitivanja datum, vreme i mesto uzimanja uzorka proizvoda, svrhu uzimanja uzorka proizvoda, vrstu i količinu proizvoda od koga se uzorak uzima, broj pojedinačno uzetih uzoraka proizvoda i količinu ukupno uzetih uzoraka proizvoda, oznake za identifikaciju uzoraka i količinu uzoraka proizvoda koji se dostavljaju na analizu.

Zapisnik potpisuje stručno lice koje uzima uzorke proizvoda za ispitivanje, kao i predstavnik organizacije udruženog rada.

Član 12

Broj pojedinačnih jedinica uzoraka proizvoda uzetih za ispitivanje zavisi od vrste proizvoda i veličine proizvodne partije, odnosno pošiljke.

Broj pojedinačnih jedinica uzoraka utvrđuje se na osnovu sledeće tabele:

Vrsta pakovanja	Količina od koje se uzima uzorak	Broj pojedinačnih jedinica uzoraka	Zapremina uzorka za ispitivanje, u l
Cisterna	do 5 000 l	2	0,5
Rezervoar	iznad 5 000 l	2	0,5
Bačva, balon	od 1 do 3	2	0,5
Bačva, balon	od 4 do 30, iz svakog trećeg suda	1	0,3
Bačva, balon	više od 30, iz svakog petog suda	1	0,5
Originalna pakovanja			
Boca	od 1 do 100	2	1,0
Boca	od 101 do 500	3	1,0
Boca	od 501 do 1 000	4	1,0
Boca	od 1001 do 10 000	5	1,0

Ako je proizvodna partija, odnosno pošiljka proizvoda veća od 10 000 boca, na svakih sledećih 2 000 do 5 000 boca uzimaju se još dva uzorka.

Član 13

Ako ukupno uzeti uzorak proizvoda iznosi više od dve ambalažne jedinice, od njih se formira poseban uzorak, tako da od njega nastanu dve ambalažne jedinice uzetog uzorka, s tim da se svaka ambalažna jedinica uzetog uzorka može izdvojiti kao ambalažna jedinica uzorka za ispitivanje.

Član 14

Za uzimanje uzoraka proizvoda iz cisterni ili rezervoara koristi se staklena posuda (sonda), a uzorci se, po mogućstvu, uzimaju sa vrha, iz sredine i sa dna suda, odnosno cisterne ili rezervoara.

2. Metoda hemijskih i fizičkih analiza

Član 15

Metode hemijskih i fizičkih analiza za kontrolu kvaliteta proizvoda jesu:

- 1) određivanje zapreminske mase na temperaturi 20 °C,
- 2) određivanje sadržaja etanola na temperaturi 20 °C,
- 3) određivanje ukupnog ekstrakta (sa invertnim šećerom i bez invertnog šećera),
- 4) određivanje invertnog šećera,
- 5) određivanje ukupnih kiselina (kao sirćetna),
- 6) određivanje slobodnog sumpor-dioksida,

- 7) određivanje vezanog sumpor-dioksida,
- 8) određivanje pepela,
- 9) određivanje alkaliteta pepela,
- 10) određivanje veštačkih bojila u vinskom sirćetu,
- 11) određivanje mravlje kiseline.

Član 16

Ovaj pravilnik stupa na snagu po isteku tri meseca od dana objavljivanja u "Službenom listu SFRJ".

Metode fizičkih i hemijskih analiza za kontrolu kvaliteta sirćeta i razblažene sirćetne kiseline

1. Određivanje zapreminske mase na temperaturi 20°C

a) Određivanje vodene vrednosti piknometra

Princip

Odredi se vodena vrednost piknometra, odnosno proveri odstupanje od označene vodene vrednosti na piknometru zapremine 50 ml.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti:

- 1) eksikator,
- 2) vodeno kupatilo sa termostatom, za održavanje temperature od 20 °C,
- 3) sušnicu sa termostatom, za održavanje temperature od 140 °C,
- 4) analitičku vagu,
- 5) piknometar, zapremine 50 ml,
- 6) levak za piknometar,
- 7) savijenu kapilaru za pražnjenje piknometra,
- 8) kapilaru za oduzimanje viška vode.

Reagensi

- 1) Hromsumporna kiselina 25 g kalijum-dihromata ($K_2Cr_2O_7$) rastvori se u 1000 ml koncentrovane sumporne kiseline (H_2SO_4),
- 2) redestilovana voda,
- 3) etanol,
- 4) etar.

Postupak

Piknometar se očisti hromsumpornom kiselinom, ispere destilovanom vodom, a zatim etanolom i etrom. Suši se u sušnici 3 h, na temperaturi 140 °C, ohladi u eksikatoru i meri. Sušenje, hlađenje i merenje ponove se dva puta, odnosno ponavljaju se sve dok postoje znatna odstupanja pri merenju (na četvrtoj decimali). Tako se utvrđuje masa piknometra. Čist, osušen i izmeren piknometar napuni se sveže prokuvanom, ohlađenom redestilovanom vodom, zatvori i 25 min ostavi u vodenom kupatilu na temperaturi 20 °C. Posebnom kapilarom pažljivo se izdvoji višak vode iznad oznake piknometra, tako da donja površina meniska delimično dodiruje oznaku na piknometru. Donji deo piknometra treba da ostane u vodi, a njegov gornji deo, odnosno grlo drži se pažljivo iznad oznake. Piknometar se izvadi iz vodenog kupatila, unutrašnjost grla iznad oznake obriše se savijenim filtrir-papirom, a spoljašnji deo čistom suvom krpom. Piknometar se 10 do 15 min zatim ostavi u analitičkoj vagi. Masa piknometra meri se sa tačnošću na četiri decimale. Postupak se ponovi tri puta i odredi srednja vrednost mase piknometra sa vodom.

Izračunavanje

Vodena vrednost piknometra na temperaturi 20 °C (C), izračunava se iz razlike mase piknometra sa vodom i mase praznog piknometra, prema formuli:

$$C = B - a$$

gde je:

B – masa piknometra sa vodom na temperaturi 20 oC, u gramima,

a – masa praznog piknometra na temperaturi 20 °C, u gramima.

b) Određivanje zapreminske mase sirćeta ili razblažene sirćetne kiseline

Princip

Pod zapreminskom masom sirćeta ili razblažene sirćetne kiseline podrazumeva se odnos između mase piknometra sa sirćetom ili razblaženom sirćetnom kiselinom na temperaturi 20 °C i mase piknometra sa istom količinom redestilovane vode na temperaturi 20 oC.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti:

- 1) piknometar, zapremine 50 ml,
- 2) levak za piknometar,
- 3) kapilaru za oduzimanje viška tečnosti,
- 4) analitičku vagu,
- 5) vodeno kupatilo.

Postupak

Piknometar kome je utvrđena vodena vrednost ispere se tri puta malom količinom sirćeta ili razblaženom sirćetnom kiselinom, napuni se sirćetom ili razblaženom sirćetnom kiselinom do oznake na grlu, a zatim oko 25 min ostavi u vodenom kupatilu temperature 20 oC. Posle toga, kapilarom se pažljivo odstrani višak tečnosti do iznad oznake, tako da donji menisk dodiruje oznaku na grlu piknometra. Pri tom se mora voditi računa o tome da je donji deo piknometra u vodenom kupatilu. Unutrašnjost grla piknometra osuši se savijenim filtrir-papirom, a njegov spoljašnji deo čistom krpom. Napunjeni piknometar se ostavi 15 min u analitičkoj vagi, a zatim se meri sa tačnošću četiri decimale.

Izračunavanje

Zapreminska masa sirćeta ili razblažene sirćetne kiseline na temperaturi 20 °C izračunava se prema formuli:

$$D = C - a/B - a$$

gde je:

a – masa praznog piknometra, u gramima,

B – masa piknometra sa vodom, u gramima,

C – masa piknometra sa sirćetom ili razblaženom sirćetnom kiselinom, u gramima.

2. Određivanje sadržaja etanola na temperaturi 20°C

Princip

Količina etanola izražena u zapreminskim procentima određuje se na osnovu zapreminske mase destilata sirćeta ili razblažene sirćetne kiseline, prema tabeli 1.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti:

- 1) piknometar, zapremine 100 ml,
- 2) vodeno kupatilo, temperature 20 oC,
- 3) analitičku vagu,

4) aparaturu za destilaciju etanola, koja se sastoji od:

- balona za destilaciju, zapremine 250 ml,
- nastavka sa kuglom,
- povratnog hladnjaka,

5) grejača.

Reagensi

30% (m/m) koncentracije rastvora natrijum-hidroksida (NaOH).

Postupak

Posle određivanja zapreminske mase, sirće ili razblažena sirćetna kiselina prenose se pomoću krive kapilare u balon za destilaciju. Piknometar se nekoliko puta ispere destilovanom vodom, koja se takođe unese u balon za destilaciju. Zatim se sirće ili razblažena sirćetna kiselina neutrališe rastvorom 30%-nog NaOH, pri čemu se kao indikator koristi crveni lakmus-papir. Balon se poveže sa aparaturom za destilaciju etanola, a destilat, pomoću uskog levka, sakuplja u piknometar. Za vreme destilacije vrh levka mora biti potopljen u destilat, a piknometar se mora hladiti vodom. Destilacija se prekida kad se u piknometru nakupi 75 ml destilata. Piknometar se zatim dopuni redestilovanom vodom do ispod oznake i oko 25 min ostavi u vodenom kupatilu na temperaturi 20 °C. Posle isteka predviđenog vremena piknometar se dopuni redestilovanom vodom do oznake i temperira na 20 °C. Pri tom se mora paziti da je donji deo piknometra neprestano u vodenom kupatilu temperature 20 °C. Unutrašnjost grla piknometra osuši se savijenim filtrir-papirom, a spoljašnji deo obriše čistom krpom i 15 min ostavi u analitičkoj vagi. Piknometar sa destilatom meri se sa tačnošću četiri decimale.

Izračunavanje

Zapreminska masa destilata 20/20 oC (D) izračunava se tako što se od mase piknometra sa destilatom oduzme masa praznog piknometra, a razlika podeli vodenom vrednošću istog piknometra, prema formuli:

.

$$D = P2 - P1/VVp$$

.

gde je:

P1 – masa praznog piknometra, u gramima,

P2 – masa piknometra sa destilatom, u gramima,

VVp – vodena vrednost piknometra, u gramima.

Na osnovu zapreminske mase destilata (D) očitava se količina etanola u zapreminskim procentima u tabeli 1 po Reichardu.

Tabela 1

Zapreminska masa destilata (D) 20/20 oC	Zapreminska masa etanola (V/V)%
0,9999	0,06
0,9998	0,14
0,9997	0,21

0,9996	0,26
0,9995	0,34
0,9994	0,41
0,9993	0,47
0,9992	0,55
0,9991	0,61
0,9990	0,67
0,9989	0,73
0,9988	0,81
0,9987	0,87
0,9986	0,94
0,9985	1,01
0,9984	1,07
0,9983	1,14
0,9982	1,22
0,9981	1,28
0,9980	1,35
0,9979	1,42
0,9978	1,48
0,9977	1,56
0,9976	1,62
0,9975	1,70

0,9974	1,76
0,9973	1,83
0,9972	1,90
0,9971	1,96
0,9970	2,04
0,9969	2,11
0,9968	2,18
0,9967	2,24
0,9966	2,32
0,9965	2,38
0,9964	2,46
0,9963	2,52
0,9962	2,59
0,9961	2,66
0,9960	2,74
0,9959	2,80
0,9958	2,88
0,9957	2,95
0,9956	3,01
0,9955	3,09
0,9954	2,15
0,9953	3,23

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

3. Određivanje ukupnog ekstrakta (sa invertnim šećerom i bez invertnog šećera)

a) Određivanje ukupnog ekstrakta (sa invertnim šećerom) u sirćetu

Princip

Metoda se zasniva na uparavanju sirćeta na vodenom kupatilu, dopunskom sušenju u sušnici na temperaturi 105 oC i merenju ostatka.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti:

- 1) platinsku ili porculansku posudu ravnog dna,
- 2) vodeno kupatilo
- 3) sušnicu sa termoregulacijom na 105 oC,
- 4) pipetu,
- 5) erlenmajer-bocu,
- 6) levak,
- 7) filtrir-papir,
- 8) analitičku vagu.

Postupak

U osušenu i izmerenu platinsku ili porculansku posudu otpipetira se 10 ml filtriranog sirćeta i upari

na toplom vodenom kupatilu do gustine sirupa. Doda se 50 ml destilovane vode i ponovo upari do iste gustine. Ostatak se suši 2 h i 30 min u sušnici na temperaturi 105 °C. Ohladi se u eksikatoru i meri na analitičkoj vagi, sa tačnošću na četiri decimale.

Izračunavanje

Količina ukupnog ekstrakta sa invertnim šećerom (E) izražava se u g/l, a izračunava prema formuli:

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

gde je:

a – masa posude sa osušenim ostatkom, u gramima,

b – masa prazne posude, u gramima.

b) Određivanje ekstrakta bez invertnog šećera u sirćetu

Ekstrakt bez invertnog šećera (E1) izračunava se kad se od ukupnog ekstrakta sa invertnim šećerom (E) oduzme količina invertnog šećera (C) umanjena za 1 g (umanjuje se za 1 g zbog prisustva materija koje nisu šećeri, a redukuju Felingov rastvor).

Izračunava se prema formuli:

$$E1 = E - (C - 1)$$

gde je:

E – količina ukupnog ekstrakta sa invertnim šećerom, u g/l,

C – količina invertnog šećera u g/l.

4. Određivanje invertnog šećera

Princip

Metoda se zasniva na oksidoredukciji između Felingovog rastvora i šećera, gde se dvovalentni jon bakra (CuSO_4) iz Felingovog rastvora redukuje u jednovalentni jon bakra u bakar-oksidulu (Cu_2O), pri čemu se šećer oksidiše u odgovarajuću kiselinu.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti:

- 1) odmernu bocu, zapremine 50 ml,
- 2) filtrir-papir,
- 3) levak,
- 4) čašu,
- 5) pipetu,
- 6) bocu za usisavanje (vakuum-bocu),
- 7) lončić za filtriranje G4,
- 8) analitičku vagu,
- 9) sušnicu za termoregulacijom,
- 10) vodeno kupatilo,
- 11) vodenu sisaljku,
- 12) eksikator.

Reagensi

- 1) Carrez I rastvori se 106 g kalijum-heksacijanoferata $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ do 1000 ml dopuni destilovanom vodom,
- 2) Carrez II rastvori se 219,5 g cink-acetata $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 30 g glacijalne sirćetne kiseline i do 1000 ml dopuni destilovanom vodom,
- 3) Fehling I u odmernu bocu zapremine 1000 ml rastvori se 69,3 g bakar-sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) i do oznake dopuni destilovanom vodom,

- 4) Fehling II u odmernu bocu zapremine 1000 ml rastvori se 346 g kalijum-natrijum-tartarata $\text{KMaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ i 103,2 g natrijum-hidroksida (NaOH) i do oznake dopuni destilovanom vodom,
- 5) rastvor natrijum-hidroksida (NaOH) = 1 mol/l,
- 6) 25% (m/m) koncentrovanog rastvora hlorovodonične kiseline (HCl),
- 7) 1% (m/m) rastvora fenolftaleina rastvori se 1 g fenolftaleina u 70% (V/V) etanolu,
- 8) etanol.

Postupak

U odmernu bocu zapremine 100 ml otpipetira se 20 ml uzorka sirćeta i doda 6 ml 25%-ne hlorovodonične kiseline. Boca se stavi na toplo vodeno kupatilo i temperatura podesi tako da analizirani uzorak 5 min zadržava temperaturu 67-70 °C. Boca se ohladi da bi uzorak postigao temperaturu 20 °C i da bi se neutralisao rastvorom natrijum-hidroksida $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ (efekat neutralizacije kontroliše se lakmus-papirom). Sadržaj boce se ponovo ohladi na 20 °C i doda 10 ml rastvora Carrez I i 10 ml rastvora Carrez II. Posle 30 min odmernu bocu sa destilovanom vodom dopuni se do oznake, dobro se promeša i rastvor filtrira kroz suv filtrir-papir. Tako se dobija filtrat I. U erlenmajer-bocu zapremine 250 ml odmeri se 25 ml rastvora Fehling I, 25 ml rastvora Fehling II i 25 ml destilovane vode i zagreje do ključanja. U vrelu mešavinu otpipetira se 5 ml filtrata I i kuva 2 min. Dodavanjem 100 ml destilovane vode tečnost se ohladi. Izdvojeni talog Cu_2O filtrira se kroz opran, osušen i izmeren lončić za filtriranje G4, pomoću vodene sisaljke. Talog u lončiću se dobro ispere vrućom destilovanom vodom temperature 60-65 °C, a zatim etanolom i na temperaturi 105 °C suši u sušnici 30 min. Osušen lončić sa talogom Cu_2O hladi se 30 min u eksikatoru i meri sa tačnošću na četiri decimale.

Na osnovu mase Cu_2O izračuna se količina direktno redukujućih šećera (kao invertni šećer) prema tabeli 2 za određivanje invertnog šećera.

Izračunavanje

Količina invertnog šećera (C) izražena u g/l izračunava se prema formuli:

$$C = a \cdot 1000 / b \cdot 1000$$

gde je:

a – masa invertnog šećera koja odgovara miligramima Cu_2O dobijenim prema tabeli 2,

b – masa sirćeta, ako se uzmu u obzir odgovarajuća razređenja, u gramima.

Tabela 2

Tablica za izračunavanje invertnog šećera

Bakar (I) – oksidul (Cu_2O), u mg	Invertni šećer
10	4,6
11	5,1
12	5,6
13	6,0

14	6,4
15	6,9
16	7,3
17	7,8
18	8,3
19	8,7
20	9,2
21	9,6
22	10,0
23	10,5
24	11,0
25	11,4
26	11,9
27	12,4
28	12,8
29	13,3
30	13,7
31	14,2
32	14,7
33	15,1
34	15,6
35	16,1

36	16,5
37	17,0
38	17,4
39	17,9
40	18,4
41	18,8
42	19,3
43	19,8
44	20,2
45	20,7
46	21,1
47	21,6
48	22,1
49	22,5
50	23,0
51	23,5
52	23,9
53	24,4
54	24,9
55	25,3
56	25,8
57	26,2

58	26,7
59	27,2
60	27,6
61	28,1
62	28,6
63	29,0
64	29,5
65	30,0
66	30,4
67	30,9
68	31,4
69	31,8
70	32,3

5. Određivanje količine ukupnih kiselina (kao sirćetna kiselina)

Princip

Količina ukupnih kiselina, računato kao sirćetna kiselina, u sirćetu ili razblaženoj sirćetnoj kiselini određuje se na osnovu broja utrošenih mililitara koncentrovanog rastvora natrijum-hidroksida koncentracije $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ potrebnih za neutralizaciju uzorka.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti i:

- 1) erlenmajer-bocu,
- 2) pipetu,
- 3) biretu,
- 4) odmernu bocu, zapremine 100 ml.

Reagensi

- 1) Rastvor natrijum-hidroksida koncentracije $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ (Fixanal),
- 2) 1%-ni rastvor fenolftaleina u 70%-nom etanolu,
- 3) prokuvana i ohlađena destilovana voda.

Postupak

U odmernu bocu zapremine 100 ml otpipetira se 10 ml uzorka za ispitivanje i do oznake dopuni

sveže prokuvanom, ohlađenom destilovanom vodom. Zatvori se i dobro promeša. Zatim se u erlenmajer-bocu otpipetira 10 ml tako razređenog uzorka, doda 20 ml sveže prokuvane ohlađene destilovane vode i titriše rastvorom natrijum-hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ u prisustvu nekoliko kapi fenolftaleina do pojave bledoružičaste boje.

Izračunavanje

Količina ukupnih kiselina, računato kao sirćetna kiselina (H) izražava se u g/l, a izračunava se tako što se broj mililitara rastvora natrijum-hidroksida utrošenog za neutralizaciju množi faktorom 6, što se izračunava prema formuli.

$$H = a \cdot 6$$

gde je:

a – zapremina rastvora natrijum-hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, u mililitrima.

Ako se H podeli zapreminskom masom sirćeta ili razblažene sirćetne kiseline, određuje se broj g/kg sirćetne kiseline (F), što omogućava izražavanje količine sirćetne kiseline u procentima. Izračunava se prema formuli:

$$F = H/D$$

gde je:

H – sirćetna kiselina, u gramima po litru,

D – zapreminska masa sirćeta ili razblažene sirćetne kiseline.

6. Određivanje slobodnog sumpor-dioksida

Princip

Metoda se zasniva na oksidoredukciji između rastvora joda i sumporne kiseline, pri čemu jod redukuje SO_2 , a sam pri tome oksidiše.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti i:

- 1) erlenmajer-bocu za određivanje jednog broja,
- 2) pipetu,
- 3) biretu.

Reagensi

- 1) Rastvor joda, koncentracije $c(\text{I}_2) = 0,2 \text{ mol/l}$ (Fixamal),
- 2) sumporna kiselina (1+ 4).

Postupak

U erlenmajer-bocu otpipetira se 50 ml uzorka za ispitivanje i doda se 10 ml sumporne kiseline (H_2SO_4) 1+ 4 i 3 ml rastvora skroba. Zatim se titrira rastvorom joda $c(\text{I}_2) = 0,2 \text{ mol/l}$ do pojave plave boje, koja mora biti postojana 30 s.

Izračunavanje

Količina slobodnog SO_2 (G) izražava se u mol/l, a izračunava se tako što se broj mililitara rastvora joda utrošenog za titraciju pomnoži faktorom 12,8.

Izračunava se prema formuli:

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

gde je:

a – zapremina rastvora joda utrošenog za titraciju, u mililitrima.

7. Određivanje vezanog SO_2

Princip

Metoda se zasniva na oksidoredukciji između joda i sumporne kiseline, pri čemu jod oksidiše sa SO_2 , a sam se pri tome redukuje.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti i:

- 1) erlenmajer-bocu,
- 2) pipetu,
- 3) biretu.

Reagensi

- 1) Rastvor natrijum-hidroksida $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$. U odmernoj boci zapremine 1000 ml rastvori se 40 g i do oznake dopuni destilovanom vodom,
- 2) rastvor joda koncentracije $c(\text{J}_2) = 0,5 \text{ mol/l}$ (Fixanal),
- 3) rastvor sumporne kiseline (H_2SO_4), 1 + 4, 1%-ni rastvor skroba.

Postupak

U erlenmajer-bocu otpipetira se 25 ml rastvora natrijum-hidroksida i doda 50 ml uzorka za ispitivanje. Erlenmajer-boca se zatvori i ostavi 15 min. U bocu se zatim unese 15 ml rastvora sumporne kiseline i 3 ml rastvora skroba. Titrira se rastvorom joda (Fixanal) do pojave plave boje, koja mora biti postojana 30 s.

Izračunavanje

Količina vezanog sumpor-dioksida (K) izražava se u mg/l a izračunava tako što se broj mililitara rastvora joda utrošenog za titraciju pomnoži faktorom 12,8.

Izračunava se prema formuli:

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

gde je:

a – zapremina joda utrošenog za titraciju, u mililitrima.

8. Određivanje pepela

Princip

Metoda se zasniva na merenju ostatka dobijenog posle uparavanja, sušenja i žarenja na temperaturi 550°C .

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti i:

- 1) peć za žarenje na temperaturi 550°C ,
- 2) porculanski lončić,
- 3) vodeno kupatilo,
- 4) analitičku vagu,
- 5) pipetu,
- 6) eksikator,
- 7) plinski gorionik,
- 8) sušnicu sa termoregulacijom, do 120°C .

Postupak

U osušen, ižaren i izmeren porculanski lončić otpipetira se 10 ml uzorka za ispitivanje i upari na toplom vodenom kupatilu do gustine sirupa. Lončić sa ostatkom suši se u sušnici na temperaturi 120°C dok ne ispari sva voda. Ostatak se zatim spali nad plinskim gorionikom, a zatim u peći za žarenje žari na temperaturi 550°C dok pepeo u lončiću ne postane beo ili sivkastobeo. Ako pepeo posle

žarenja ostane crn, navlaži se sa malo destilovane vode, ponovo upari i suši u sušnici, a zatim žari dok ne postane beo. Lončić se hladi u eksikatoru i meri sa tačnošću na četiri decimale.

Izračunavanje

Količina pepela (A) izražava se u g/l, a izračunava se prema formuli:

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

gde je:

a – masa lončića sa pepelom, u gramima;

b – masa praznog lončića, u gramima.

9. Određivanje alkaliteta pepela

Princip

Metodi se zasniva na neutralizaciji pepela rastvorom hlorovodonične kiseline (HCl) poznate koncentracije.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti i:

- 1) biretu,
- 2) vodeno kupatilo,
- 3) čašu,
- 4) pincetu.

Reagensi

- 1) Rastvor hlorovodonične kiseline koncentracije c (HCl) – 0,1 mol/l (Fixamal),
- 2) rastvor natrijum-hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l (Fixamal),
- 3) 1%-ni rastvor u 70% (V/V) etanolu.

Postupak

Lončić sa pepelom (određen metodom 8 ovog pravilnika) stavi se u čašu i iz birete doda 20 ml rastvora hlorovodonične kiseline c (HCl) = 0,1 mol/l. Oko lončića se u čašu ulije destilovana voda. Sve se zagreva do vrenja, a zatim se lončić pažljivo ispere destilovanom vodom i još vruć sadržaj titriše rastvorom natrijum-hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l, uz prisustvo nekoliko kapi fenol-ftaleina, do pojave izrazito ružičaste boje.

Izračunavanje

Alkalitet pepela (A) izražava se kao broj mililitara hlorovodonične kiseline c (HCl) = 0,1 mol/l potrebnih za neutralizaciju alkalija u litru proizvoda. Izračunava se tako što se od broja mililitara rastvora hlorovodonične kiseline dodatih pepelu uzorka za ispitivanje (10 ml) oduzme broj mililitara rastvora natrijum-hidroksida utrošenih za titraciju. Množenjem navedenog količnika sa 100 izračunava se alkalitet pepela u 1000 ml uzorka, odnosno proizvoda.

Izračunava se prema formuli:

$$A_p = a - b/10 \cdot 100$$

gde je:

a – zapremina rastvora hlorovodonične kiseline dodate pepelu, u mililitrima,

b – zapremina rastvora natrijum-hidroksida utrošenog za titraciju, u mililitrima.

10. Određivanje veštačkih boja u vinskom sirćetu

Princip

Metoda se zasniva na činjenici da veštačka bojila ne pokazuju promenu boje u prisustvu kvaternog amonijumovog katjona, a pri optimalnoj pH-vrednosti ne pokazuju stabilnost boje.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je pripremiti i:

- 1) čašu,
- 2) pipetu,
- 3) vodeno kupatilo.

Reagensi

- 1) Vuna (ekstrahovana),
- 2) rastvor amonijaka (NH_3), koncentracije 25% (m/m),
- 3) hlorovodonična kiselina (HCl), 1 + 10.

Postupak

U čašu se otpipetira 100 ml uzorka za ispitivanje, doda 0,5 g vune i 3 ml rastvora hlorovodonične kiseline, a zatim kuva 5 min. Pošto se promeša staklenim štapićem, tečnost se odlije. U čašu se ponovo dolije 100 ml tople vode, 2 ml rastvora hlorovodonične kiseline i ponovo kuva 5 min.

Postupak se ponavlja dok tečnost iznad vune ne postane bezbojna. U čašu se zatim doda 50 ml destilovane vode, 10 kapi koncentrovanog amonijaka (NH_3) i kuva 3 min. Taj rastvor se odlije u drugu čašu. Postupak se ponovi još jedanput, pa se drugi rastvor doda rastvoru u čaši.

U tako pripremljen rastvor amonijaka doda se 0,5 g vune i 2 ml rastvora hlorovodonične kiseline, a zatim kuva 2 min. Vuna se dobro ispere vodom.

Ako je uzorak za ispitivanje bio obojen veštačkom bojom, vuna dobija ružičastu boju.

11. Određivanje mravlje kiseline

Princip i primena

Metoda se zasniva na svojstvu mravlje kiseline da redukuje živa(II)-hlorid u nerastvorljiv živa(I)-hlorid. Količina izdvojenog živa(II)-hlorida određuje se gravimetrijski i iz nje izračunava ekvivalentna količina mravlje kiseline.

Primenjuje se pri određivanju mravlje kiseline u proizvodima i poluproizvodima od voća.

Aparati i pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, potrebno je da se pripremi:

- 1) aparatura za destilaciju vodenom parom,
- 2) analitička vaga,
- 3) lončić za filtriranje, tipa G-4,
- 4) sušnica, temperature 100 ± 2 °C,
- 5) eksikator.

Reagensi

- 1) Barijum-karbonat ili kalcijum-karbonat,
- 2) rastvor živa(II)-hlorida sa natrijum-hloridom 100 g živa(II)-hlorida (HgCl_2) i 30 g natrijum-hlorida (NaCl) rastvori se u 1 l vode,
- 3) natrijum-acetat, 50% (m/m) rastvor,
- 4) vinska kiselina, kristalna,
- 5) hlorovodonična kiselina, 10% (m/m) rastvor,
- 6) etanol, 96% (V/V),
- 7) etil-etar.

Pripremanje uzorka

Uzorak za ispitivanje dobro se homogenizuje.

a) Određivanje mravlje kiseline

Zavisno od konzistencije proizvoda, odmeri se 25 do 50 ml ili 25 do 50 g uzorka homogenizovanog za ispitivanje, sa tačnošću od 0,1 g (količina uzorka bira se tako da količina mravlje kiseline u njemu ne bude veća od 0,15 g).

Odmerena količina uzorka kvantitativno se prenese u balon za destilaciju A, zapremine 500 ml, doda se 0,5 do 1,0 g vinske kiseline i toliko destilovane vode, tako da zapremina rastvora u balonu iznosi oko 100 ml.

U balon B, zapremine 500 ml, odmeri se 2 g barijum-karbonata ili kalcijum-karbonata i doda 100 ml vode. Kad se aparatura sastavi, destiliše se vodenom parom, uz istovremeno zagrevanje oba balona i generatora vodene pare, pri čemu treba paziti da se nivo tečnosti u balonima ne promeni (regulacija se vrši preko plamenika).

Da bi se predestilisala celokupna količina mravlje kiseline, potrebno je oko 1 000 do 1 500 ml destilata. Kad se destilacija završi, vruć karbonatni rastvor se filtrira preko filtrir-papira prečnika 9 cm. Formijat, koji je pri tom nastao, prelazi u rastvor.

Talog na filtrir-papiru se ispere vrelom vodom tako da zapremina filtrata u erlenmajer-boci iznosi oko 25 ml. Posle toga se sadržaj u erlenmajer-boci uparava do zapremine oko 100 ml, pri čemu se dobija oko 100 ml mravlje kiseline. Ako je količina mravlje kiseline veća od 100 mg, rastvor se upari do zapremine 150 do 200 ml.

Posle uparavanja, doda se 10 ml 50%-nog rastvora natrijum-acetata, 2 ml rastvora hlorovodonične kiseline i 25 ml rastvora živa(II)-hlorida sa natrijum-hloridom. Posle toga, rastvor se promeša i 2 h zagreva na toplom vodenom kupatilu, uz korišćenje povratnog hladnjaka. Stvaranje taloga dokazuje prisustvo mravlje kiseline (opalescencija ili замуćenje ne uzima se u obzir).

b) Određivanje mravlje kiseline

Destilacija, filtriranje, uparavanje i zagrevanje vrše se po postupku koji je propisan za kvalitativno dokazivanje u ovoj metodi, pod a).

U toku zagrevanja, uz korišćenje povratnog hladnjaka, nastaje redukcija živa(II)-hlorida u živa(I)-hlorid, koji se zatim filtrira uz pomoć vakuum-pumpe u tiglu G-4, koji je prethodno osušen do konstantne mase i meren sa tačnošću 0,0002 g. Talog se ispere najpre hladnom vodom zatim etanolom i etil-etrom i 1 h suši u sušnici na temperaturi 100 °C. Tigl sa osušenim talogom suši se u eksikatoru i meri sa tačnošću 0,0002 g.

– 1 g živa(I)-hlorida (Hg_2Cl_2) odgovara 0,0975 g mravlje kiseline.

Na istom uzorku za ispitivanje izvrše se najmanje dva određivanja.

Izračunavanje

Količina mravlje kiseline, u procentima mase, izračunava se po formuli:

procent mravlje kiseline = $(b-a) \cdot 0,0975 / c \cdot 100$

gde je:

a) – masa tigla, u gramima,

b) – masa tigla sa osušenim talogom, u gramima,

c) – izmerena masa uzorka, u gramima.

Zapremina uzorka u mililitrima mora se preračunati u masu izraženu u gramima, množenjem broja mililitara gustinom te vrste proizvoda.

Kao rezultat uzima se srednja vrednost dva određivanja ako su ispunjeni uslovi u pogledu ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva određivanja, izvršena istovremeno ili ubrzo jedno za drugim, shodno članu 7. stav 2. ovog pravilnika, ne sme iznositi više od 0,01% relativne vrednosti od dobijene srednje vrednosti.