

Določanje vsebnosti vode, pepela in vrednosti pH

1. Določanje vsebnosti vode

1.1 S sušenjem do konstantne teže (obrok, zelenjava, mesni izdelki, moka, začimbe ...)

V posušen in stehtan tehtič odtehtamo 5-10 g vzorca na 0,1 mg natančno. Pri soku damo tehtič najprej na vrelo vodno kopel, da večji del vode izpari in šele nato v sušilnik. Če je potrebno, dodamo v tehtič med izparevanjem na kopeli še nekaj kapljic etanola, da preprečimo nastanek mrenice. Če nimamo vrele kopeli, sušimo najprej pri 70° C, da se vzorec zgosti, nato pri 105 °C 3-4 ure ali eno uro pri 130° C. Ohladimo in tehtamo.

Račun:

$$\% \text{ suhe snovi} = \frac{b}{a} \cdot 100$$

a = odtehta vzorca (g)

b = teža sušine (g)

Rezultat:

Odstotek suhe snovi je

1.2 S sušenjem do konstantne teže – s pomočjo kremenčevega peska (meso in mesni izdelki, jajčni izdelki, gosti sadni in zelenjavni izdelki)

Princip:

Sušenje homogeniziranega vzorca, zmešanega s kremenčevim peskom, pri temperaturi 105° C do konstantne teže.

Pribor:

- tehtič
- kremenčev pesek (oprani s HCl in prežarjeni)
- steklena palčka

Izvedba:

Tehtič z 10-20 g kremenčevega peska in s stekleno palčko sušimo kratek čas pri 105° C in vse skupaj po ohladitvi v eksikatorju tehtamo. V tehtič hitro natehtamo ca 3-5 g (na 0,1 mg natančno) dobro premešanega vzorca. Po odtehti prilijemo nekaj ml alkohola in s pomočjo steklene palčke vzorec dobro premešamo med pesek. Sušimo 3 ure pri 105° C oziroma do konstantne teže.

Račun:

$$\% \text{ vode} = \frac{b}{a} \cdot 100$$

a = odtehta vzorca (g)

b = izguba teže med sušenjem (g)

1.3 Destilacija po Dean-Starku (meso in mesni izdelki, sok, sadni in zelenjavni izdelki)

Princip:

Destilacija vode iz homogeniziranega vzorca, zmešanega z organskim topilom, v katerem se voda ne topi. Organsko topilo teče iz povratnega hladilnika nazaj k vzorcu, voda pa se nabere v graduirani epruveti.

Reagenti:

- topilo: ksilol ali toluol, nasičen z vodo vsaj 8 dni pred uporabo
- kromžveplena kislina (Cr-milo)

Pribor:

- aparatura po Dean-Starku
- oljna kopel ali električni kuhalnik z reostatom
- bakrena žica, na koncu zavita v spiralicu

Čiščenje notranjosti aparature:

Izpiranje s Cr-milom, izpiranje z vodo, sušenje v sušilniku.

Izvedba:

10-20 g vzorca natehtamo na 3 decimalke natančno na staniolno ladjico in vse skupaj spravimo v bučko za destilacijo, v kateri je že 100-200 ml ksilola in nekaj vrelnih kroglic. Bučko pretresemo, jo priključimo na povratni hladilnik in segrevamo na oljni kopeli. Voda in topilo destilirata v graduirano cevko. Voda ostaja na dnu, topilo pa odteka nazaj v bučko. Destiliramo, dokler volumen nadestilirane vode ne narašča več. Tekočina nad vodo se zbistri. Kapljice vode v hladilniku spravimo v graduirano epruveto s pomočjo bakrene žice. Čas destilacije je običajno 15-20 minut. Pred odčitavanjem točnega volumna vode počakamo 1-2 uri. Ta čas skrajšamo, če graduirano epruveto 15 minut ohlajamo v čaši vode pri 20° C.

Standardna destilacija oz. kontrola aparata:

Znan volumen vode destiliramo na enak način.

Račun:

Odstotek vode direktno odčitamo na graduirani cevki.

Rezultat:

..... % vode po metodi Dean-Stark.

1.4 Vakuumsko sušenje (sok, jajčni izdelki)

Princip

Po tem postopku določamo ostanek po sušenju do konstantne mase pri znižanem tlaku (30 mbar) v toku suhega zraka s pretokom 40 l/h ali pri temperaturi 70 °C.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

1) laboratorijski sušilnik, v katerem je možno sušenje pri temperaturi 70 °C pri znižanem tlaku 2 kPa (30 mbar) v toku suhega zraka (10 l/h ali 90 l/h), katerega pretok izmerimo pred vhomom v sušilnik pri normalnem tlaku. Zrak se suši tako, da prehaja skozi stekleno izpiralko, v kateri je koncentrirana žveplova kislina.

Temperatura sušilnika mora biti povsod v prostoru za sušenje enaka.

Priprava vzorca za sušenje

Tekoči in poltekoči izdelki - posušeno in stehtano kovinsko posodo, v kateri sta filtrirni papir in vzorec, ki ga analiziramo, damo v vakuumski sušilnik, v katerem je temperatura 70 °C in sušimo pri znižanem tlaku (30 mbar) v toku suhega zraka s pretokom 40 l/h točno 3 ure. Po treh urah jo ohladimo v eksikatorju in stehtamo z

natančnostjo $\pm 0,0002$ g in sušimo naprej v enakih pogojih, dokler ni razlika rezultatov dveh zaporednih tehtanj, opravljenih v enournem časovnem presledku, manjša od 0,001 g.

Gosti, kašasti in heterogeni izdelki - posušeno in stehtano kovinsko posodo, v kateri so pesek, steklena palčka in vzorec, ki ga analiziramo, damo v vakuumski sušilnik, v katerem je temperatura 70 °C. Sušimo skupaj s snetim pokrovom pri znižanem tlaku (30 mbar) v toku suhega zraka s pretokom 10 l/h 3 ure. Nato posodo pokrijemo, vzamemo jo iz sušilnika, ohladimo v eksikatorju in nato stehtamo z natančnostjo 0,0002 g. Sušimo naprej v enakih pogojih, vse dokler ni razlika rezultatov dveh zaporednih tehtanj v 4-urnem časovnem razmiku manjša od 0,001 g.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

1.5 Refraktometrično določanje vode (sadni sok, mleko, jajca)

Z refraktometrom odčitamo lomni količnik med 1,30 in 1,70 oziroma odčitamo neposredno odstotek suhe snovi. Pred merjenjem moramo refraktometer umeriti: določimo "0" točko z dest. vodo, oz. preverimo z merjenjem lomnega količnika vode pri 20°C, ki znaša 1,3329. Če merimo pri drugačni temperaturi, upoštevamo v rezultatu korekturo iz tabel (npr. Mihelić Filajdić, str. 93, tabela 6.21), ki jo pri merjenju pod 20° C odštejemo, pri merjenju nad 20° C pa prištejemo.

Opozorilo: destilirano vodo oz. vzorec nanašamo na prizmo previdno, s stekleno palčko, ne da bi se dotaknili površine prizme.

Račun:

Primer: temperatura na refraktometru je 25° C. Na skali refraktometra odčitamo npr. 30 % suhe snovi oz. sladkorja.

Korektura po tabeli = 0,39 = 0,4

% sušine = 30 + 0,4 = 30,4

1.6 Refraktometrično določanje vode (med)

Princip:

Princip metode temelji na refraktometričnem določanju odstotka vode.

Pribor:

- steklena čaša
- steklena palčka
- refraktometer

Priprava vzorca:

Če je med tekoč, ga pred začetkom analize premešamo s palčko ali pretresemo. Če je med granuliran, damo zaprto posodo z vzorcem v vodno kopel in 30 min segrevamo pri $T = 60^{\circ} \text{C}$, če je treba tudi pri 65°C . Med segrevanjem ga premešamo s palčko ali krožno pretresemo, nato pa hitro ohladimo.

Tako pripravljenemu vzorcu določimo indeks refrakcije pri konstantni temperaturi 20° C. Na podlagi indeksa refrakcije izračunamo količino vode (%), pri čemer uporabljamo tabelo, ki je podana v Uradnem listu RS št. 30/99 na strani 3466. Če indeksa nismo določali pri temperaturi 20° C, upoštevamo korekcijo temperature in rezultate preračunamo na temperaturo 20° C.

Opomba:

korekcija temperature: _____ indeks refrakcije:
temperatura nad 20° C dodamo 0,00023 za vsako °C
temperatura pod 20° C odštejemo 0,00023 za vsako °C

Nekaj indeksov refrakcije za izračun deleža vode v medu:

indeks refrakcije (20° C)	delež vode (%)
1,5044	13,0
1,5018	14,0
1,4992	15,0
1,4966	16,0
1,4940	17,0
1,4915	18,0
1,4890	19,0
1,4865	20,0
1,4840	21,0
1,4815	22,0
1,4790	23,0
1,4765	24,0

Ocena:

Med, ki se daje v promet, ne sme vsebovati več kot 20 % vode; izjema sta medova iz rese in detelj, ki lahko vsebujeta do 23 % vode.

Med vrhunske kakovosti lahko vsebuje največ 18,6 % vode.

1.7 Določanje vode posredno preko zračne sušine

1.7.1 DOLOČANJE ZRAČNE SUŠINE

Princip:

Živila, ki vsebujejo visok odstotek vode ali so precej nehomogena, predhodno sušimo v sušilniku z ventilatorjem več ur ali celo dni pri T = 50-60° C.

Izvedba:

Celoten obrok stehtamo, zmerimo volumen in homogeniziramo. Del vzorca odtehtamo v predhodno stehtano petrijevko ter sušimo ca 16 ur pri 50-60° C. Vmes večkrat premešamo. Nato pustimo 2 uri na sobni temperaturi in stehtamo. Tako dobimo zračno suh vzorec in izračunamo:

$$\text{zrač. sušina} = \frac{b}{a} \cdot 100 \text{ (\%)}$$

$$A = 100 - \% \text{ zrač. suš.}$$

a = odtehta vzorca (g)

A = izguba teže med zračnim sušenjem (%)

b = teža zračno suhega vzorca (g)

Vzorec zdrobimo ali zmeljemo in uporabimo za analize.

1.7.2 DOLOČANJE VODE V ZRAČNI SUŠINI

Princip:

Sušenje vzorca v sušilniku pri temperaturi 105° C do konstantne teže.

Izvedba:

V predhodno posušen steklen tehtič odtehtamo 2 do 5 g ($\pm 0,1$ mg) zračno suhega vzorca. Sušimo pri 105°C do konstantne teže. Ohladimo v eksikatorju in stehtamo.

Račun:

$$\text{suha snov} = \frac{b}{a} \cdot 100 (\%)$$

$$B = 100 - \% \text{ suhe snovi}$$

a = odtehta vzorca (g)

b = teža vzorca po sušenju (g)

B = % vode v zračno suhem vzorcu

$$\% \text{ vode} = A + B - A \cdot B/100$$

A = izguba teže med zračnim sušenjem (%)

B = vsebnost vode v zračno suhem vzorcu (%)

Odstotek suhe snovi v obroku je torej:

$$\% \text{ suhe snovi} = 100 - \% \text{ vode}$$

1.8 Titracija po Karl-Fisher-ju

Princip:

Določanje vsebnosti vode temelji na titraciji po Karl-Fisherju, s katero določamo prosto in vezano vodo v vzorcu. Uporabna je tako za živila z majhno vsebnostjo vode kot tudi za tista, ki je vsebujejo veliko.

Reagenta, ki ju uporabljamo pri določanju sta: metanolna raztopina joda in žveplov dioksid. Kot pufer se uporablja baza. Vrsto reakcij, ki potekajo med titracijo vzorca, v katerem je voda, lahko strnemo v naslednjo kemijsko enačbo:



Jod (I_2) v zgornji enačbi kvantitativno reagira s H_2O . To stehiometrijsko razmerje je osnova določanje vsebnosti vode s titracijo po Karl-Fisherju.

Izvedba:

Odvisno od količine vode v živilu, lahko njeno vsebnost določimo z:

- volumetrično ali
- kulometrično titracijo Karl-Fisher.

a) Volumetrična titracija KF

Kadar živilo vsebuje večje količine vode je primernejša volumetrična metoda. Direktno uporabna (v kombinaciji z ustreznim organskim topilom) je tudi za trdne in pastozne vzorce. Območje določanja: 0,1-100 % vode.

- Uporablja se lahko enokomponentno reagenčno raztopino, ki vsebuje vse reaktivne snovi (SO_2 , I_2 , baza, alkohol). V tem primeru vzorec raztapljamo v delovnem mediju, ki vsebuje metanol ali etanol.

- Druga možnost je uporaba dvokomponentnih reagentov, v katerih so reagenti zastopani v dveh ločenih raztopinah (titrant vsebuje I_2 in alkohol, topilo pa SO_2 , bazo in alkohol). Prednost uporabe druge možnosti je stabilnejši titer dvokomponentnih reagentov, slabost pa, da topila ne moremo prilagoditi matriksu vzorca, kadar se le-ta v njem slabo topi.

b) Kulometrična titracija KF

Pri tej metodi ni potrebno dodajati titranta, saj se I_2 , ki je potreben za KF reakcijo, direktno tvori z elektrokemijsko oksidacijo jodida v elektrolitu. Med množino pretečenega električnega naboja in količino nastalega I_2 obstaja kvantitativna zveza. Metoda je zato uporabna predvsem za vzorce z majhno vsebnostjo vode. Območje določanja: 10 μ g - 200 mg vode.

Generatorska elektroda je lahko brez membrane, v tem primeru je potreben le en reagent. Če uporabljamo generatorsko elektrodo z membrano, potem v titracijsko predložko nalijemo anodno raztopino (anolit), generatorsko elektrodo pa napolnimo s katodno raztopino (s katolitom).

Konec titracije, ko se vsa voda pretvori (tudi konec reakcije KF), ugotavljamo s pomočjo detekcije ali identifikacije, na primer z biamperometrično ali bivoltametrično indikacijsko metodo z dvema elektrodama, ki polarizirata.

2. Določanje vsebnosti pepela

2.1 Žarjenje pri 500-600° C (večina živil, med)

Princip:

Suhi sežig pri 500-600° C.

Izvedba:

V večji, prežarjen in stehtan lonček oziroma izparilnico odpipetiramo 25 ml soka ali ca 5 g marmelade in stehtamo na 0,1 mg natančno. Vodo najprej odparimo na vodni kopeli, sežgemo nad plinskim gorilnikom, nato pa žarimo v peči pri 500-600° C do konstantne teže. Ohladimo v eksikatorju ter tehtamo.

Račun:

$$\% \text{ pepela} = \frac{b}{a} \cdot 100$$

a = odtehta vzorca (g)

b = teža pepela (g)

Rezultat:

Odstotek mineralnih snovi oz. pepela je

2.2 Žarjenje pri 900° C (moka)

Princip:

Žarenje v žarilni peči pri temperaturi 800-850° C (90-120 minut) ali pri temperaturi 900-950° C (60-90 minut).

Izvedba:

5 g moke natehtamo na 0,1 mg natančno, previdno sežgemo v žarilnem lončku nad plamenom ali na električni plošči. Nato sežigamo v žarilni peči pri 800-850° C, dokler ni pepel popolnoma bel. V začetku žarenja pustimo vrata peči odprta. Po ohladitvi v eksikatorju tehtamo. Razlika med paralelkama je lahko največ 0,2 %.

Rezultat:

$$\% \text{ pepela} = \frac{b}{a} \cdot 100$$

a = odtehta vzorca (g)

b = teža pepela (g)

3. Določanje vrednosti pH

3.1 S pH lističi

Princip:

S pH lističi merimo okvirno pH vrednost raztopine, ki jo po obarvanju lističa odčitamo iz priložene skale.

Pogosto uporabimo najprej listič, s katerim ugotavljamo območje vrednosti pH raztopine (npr. ali je kislo ali bazično), nato pa takega, ki nam omogoča tudi določitev okvirne vrednosti pH.

Izvedba:

Konico lističa (približno 0,5 cm) pomočimo za 30 sek. v raztopino vzorca. Izvlečemo in počakamo, da se razvije barva. pH vrednost določimo s pomočjo barvne skale, ki je priložena lističem.

3.2 S pH metrom

Princip (moka):

Elektrokemijsko merjenje pH vrednosti na pH metru.

Izvedba:

5 g moke natehtamo na 0,1 g natančno, dobro premešamo s 50 ml destilirane vode. Pustimo stati 30 minut in občasno premešamo, da ni grudic in se delci ne usedejo. S predhodno umerjenim pH-metrom izmerimo pH vodne suspenzije.

Rezultat:

Vodna suspenzija moke ima pH ...

Princip (med):

Na pH-metru izmerimo pH vrednost vodne raztopine medu.

Izvedba:

Odtehtamo 10,00 g medu, dodamo 25 ml destilirane vode ter s stekleno palčko mešamo, da se ves med raztopi. Na predhodno umerjenem pH-metru takoj izmerimo vrednost pH.

BELEŽKE