

Suhi in mokri sežig, določanje vsebnosti peska, alkalnosti pepela in kislosti

1. Suhi sežig

Direktni sežig vzorca pri visoki temperaturi (525 oz. 800° C) in ob prisotnosti kisika, s katero dosežemo popolno upepelitev vzorca.

Uporablja se za določanje anorganskih snovi v živilih, skupnih mineralnih snovi in surovega pepela. Uporabljena temperatura sežiga mora ustrezati namenu analize – nekateri elementi namreč hlapijo že pri nižjih temperaturah (ok. 450° C).

2. Mokri sežig

Temelji na sežigu v raztopini močnega oksidacijskega (redukcijskega) sredstva. Izvaja se v širokih epruveh ali bučkah z dolgim vratom, ki jih lahko še dodatno segrevamo, zaradi dodatka kisline ali baze pa pride tudi do spontanega segrevanja (eksotermna reakcija).

Uporablja se za določanje elementov v sledovih in toksičnih kovin.

Sežig - razklop lahko poteka z oksidacijo, v tem primeru uporabimo mineralne kisline (H₂SO₄, HNO₃, HClO₄ in njihove mešanice, H₂O₂, K₂SO₄).

V nasprotnem primeru lahko izvedemo tudi razklop z redukcijo, na primer z vodikom (H) ali ogljem.

3. Vsebnost peska

3.1 Moka, sok, jajca, voda

Princip:

Pesek je v 10 % klorovodikovi kislini netopen del pepela. Metoda temelji na odstranjevanju v razredčeni raztopini HCl netopnih mineralnih primesi. Uporabljamo jo za določanje količine silicijevih spojin iz tal in tistih, ki so v živilskih izdelkih (sadnih in zelenjavnih).

Izvedba:

Pepel v žarilnem lončku topimo v nekaj mililitrih vroče 10 % HCl. Raztopine filtriramo skozi "kvanti" filtrirni papir in izpiramo z vročo vodo toliko časa, da je reakcija na klorov anion negativna. Filtrirni papir s peskom prenesemo v žarilni lonček, posušimo v sušilniku, sežgemo v žarilni peči pri 800° C, ohladimo v eksikatorju in tehtamo.

Rezultat:

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

a = odtehta vzorca (g), b = ostanek po žarenju (g)

Izračunamo še odstotek peska v suhi snovi:

$$\% \text{ peska v } 100 \text{ g suhe snovi} = \frac{\% \text{ peska}}{\% \text{ suhe snovi}} \cdot 100$$

Ocena:

Pesek predstavlja neorganske nečistoče. Moka naj ga ne vsebuje več kot 0,1 % v suhi snovi.

3.2 Začimbe (paprika, poper), obrok, konz. zelenjava

Princip:

Pesek je v 20 % HCl netopen del pepela.

Izvedba:

Pepel raztopimo v 20 % HCl ter 15-20 min segrevamo na vodni kopeli. Filtriramo skozi kvantitativni filtrirni papir, nato pa spiramo z vrelo destilirano vodo toliko časa, da je reakcija na Cl⁻ negativna. Filtrirni papir z oborino sušimo v sušilniku, sežgemo nad plamenom ter ponovno žarimo pri 800° C. Ohladimo in stehtamo.

Račun:

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

$$\% \text{ peska v suhi snovi} = \frac{\% \text{ peska}}{\% \text{ suhe snovi}} \cdot 100$$

a = odtehta vzorca (g)

b = teža peska (g)

Ocena:

Po Pravilniku lahko vsebuje sladka začimbna mleta paprika največ 0,55 % peska v suhi snovi, polpekoča največ 0,8 % in pekoča začimbna mleta paprika največ 1,6 % peska v suhi snovi.

4. Alkalnost pepela

Princip:

Metoda temelji na nevtralizaciji pepela z raztopino klorovodikove kisline (HCl) z znano koncentracijo.

Aparatura in pribor:

Poleg običajne laboratorijske opreme pripravimo še:

- bireto,
- vodno kopel,
- čašo,
- pinceto.

Reagenti:

Uporabljamo naslednje reagente:

- raztopino klorovodikove kisline s koncentracijo $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$
- raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 1 %-no raztopino fenolftaleina v 70 % (V/V) etanolu

Izvedba:

Lonček s pepelom postavimo v čašo in iz birete dodamo 20 ml raztopine klorovodikove kisline $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$. V čašo okoli lončka vlijemo destilirano vodo. Segrevamo, dokler ne zavre, nato pa lonček pazljivo izperemo z destilirano vodo in še vročo vsebino titiramo z raztopino natrijevega hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, z nekaj kapljicami fenolftaleina, dokler ne postane izrazito rožnate barve.

Kadar ne uporabljamo standardiziranih raztopin reagentov (0,1 M NaOH), jih je potrebno, pred izračunom končnega rezultata alkalnosti pepela, standardizirati.

Račun:

Alkalnost pepela (A_p) izražamo kot število mililitrov klorovodikove kisline $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, potrebnih za nevtralizacijo alkalij v litru oziroma kilogramu izdelka. Izračunamo jo tako, da od števila mililitrov raztopine HCl, dodanih pepelu vzorca za analizo (20 ml), odštejemo število mililitrov raztopine NaOH, porabljenih za titracijo. Z množenjem navedenega količnika s 100 izračunamo alkalnost pepela v 100 ml oziroma 100 g vzorca oziroma izdelka.

Izračunamo jo po formuli:

$$A_p = \frac{a - (b \cdot F(\text{NaOH}))}{c} \cdot 100$$

a = volumen HCl, dodane pepelu (v ml)

b = volumen raztopine NaOH, porabljenega za titracijo (v ml)

c = odtehta vzorca pri pripravi pepela (v g)

Standardizacija 0,1 M NaOH:

Iz birete odmerimo 10 ml 0,1 M NaOH v 100 ml erlenmajerico. Dodamo nekaj kapljic indikatorja metiloranž in titriramo s standardno raztopino 0,1 M HCl.

Račun:

$$F_{\text{NaOH}} = \frac{V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})}$$

$V(\text{HCl})$ = poraba 0,1 M HCl pri nevtralizaciji NaOH

$V(\text{NaOH})$ = odmerjen volumen NaOH, v našem primeru 10 ml

5. Kislost

5.1 Določanje kislinske stopnje (moka)

Princip:

Kislinska stopnja je poraba ml 1 M NaOH za nevtralizacijo 100 g vzorca.

Reagenti:

67 % etanol
0,1 M NaOH
fenolftalein

Pribor:

25 ml pipeta
urno steklo
filtrirni papir
erlenmajerica
100 ml čaša
bireta
lij

Izvedba:

10 g moke natehtamo na 0,1 g natančno, premešamo v 100 ml čaši s 50 ml 67 % etanola. Pustimo na sobni temperaturi 5 minut in večkrat premešamo. Nato filtriramo skozi guban filtrirni papir, ki naj bo tako velik, da vso suspenzijo naenkrat vlijemo vanj. Med ekstrakcijo in med filtriranjem mora biti čaša oz. lij pokrit z urnim steklom, da se koncentracija zaradi izhlapevanja etanola ne spreminja. Filtriramo v 100 ml erlenmajerjevo bučko. S pipeto odvezamemo 25 ml filtrata v drugo 100 ml erlenmajerjevo bučko, dodamo tri kapljice fenolftaleina in počasi titriramo z 0,1 M NaOH do obstojne rdečkaste barve.

Tik pred koncem titracije dobi ekstrakt rumenozelenkasto barvo, ki je izrazitejša pri temnejših vrstah moke in lahko moti opazovanje preskoka barve. Ta barva izvira iz ovojnice zrna, ki odvisno od stopnje meljave prehaja v moko in je pred filtriranjem ne moremo odstraniti.

Račun:

$$\text{kislinska stopnja } KS = \frac{b}{a} \cdot 10$$

a = količina moke v 25 ml filtrata

b = poraba 0,1 M NaOH

Če odtehtamo točno 10 g moke in vzamemo za titracijo 25 ml filtrata, je:

$$KS = \text{ml } 0,1\text{M NaOH} \cdot 2$$

Pri KS do 3 je odstopanje med paralelkami lahko največ 0,2, pri KS nad 3 pa do 0,3 stopnje.

Ocena:

Kislo reakcijo moke povzročajo: fosforna kislina, kisli fosfati, proste maščobne kisline in kisle beljakovine.

KS bele moke je nižja od črne in KS sveže moke je nižja kot KS stare moke.

Snovi, ki povzročajo kislo reakcijo, so predvsem v aleuronskem sloju, kožici in klici zrna.

Kislinske stopnje:

- drobni pšenični zdrob tipa "400" do 2,5
- pšenična moka tipa "400" do 2,5
- pšenična moka tipa "500" do 3,0
- pšenična moka tipa "850" do 3,2
- pšenična moka tipa "1100" do 3,5
- ajdova moka do 4,0
- ržena moka tip "750" do 3,0
- ržena moka tip "950" do 3,5
- ržena moka tip "1250" do 4,0
- koruzni drobljenec in zdrob do 3,0
- koruzna moka do 4,0
- ovsena in ječmenova moka do 4,5

5.2 Kislinska stopnja (jajčni prah)

Princip:

Kislinska stopnja je poraba 1 M NaOH za nevtralizacijo 100 g jajčnega prahu.

Reagenti:

- mešanica za ekstrakcijo: etanol in dietileter v razmerju 1 : 1, nevtralizirana z NaOH na fenolftalein (do rahlo rožnate barve)
- indikator : fenolftalein (1 g/100 ml etanola)
- 0,1 M NaOH

Pribor:

- erlenmajerjeva bučka z brušenim vratom
- vrelna kroglice
- povratni hladilnik
- bireta

Izvedba:

V erlenmajerjevo bučko z brušenim vratom odtehtamo 2,5 g jajčnega prahu na 0,01 g natančno, dodamo 60 ml mešanice za ekstrakcijo (naenkrat) in temeljito premešamo. Dodamo nekaj vrelnih kroglic ter previdno kuhamo (pod povratnim hladilnikom; ne nad plinskim gorilnikom!) dve do tri minute ob neprestanem mešanju. Ohladimo in hitro titriramo z 0,1 M NaOH, indikator - fenolftalein. Rožnata barva naj bo obstojna vsaj pol minute.

Račun:

$$KS = \frac{b}{a} \cdot 10$$

a = odtehta (g)

b = ml točno 0,1 M NaOH

Rezultat:

Kislinska stopnja je (podamo z eno decimalko).

Opomba:

Metoda je empirična in ni zelo natančna. Odstopanje je možno za nekaj stopenj.

Ocena:

Po pravilniku mora biti KS jajčnega prahu pod 40. Kvaliteten jajčni prah ima KS med 20 in 35. Jajčni prah s KS nad 40 (40-60) poslabša senzorične lastnosti izdelkov, v katerih ga uporabljamo.

Določanje skupne kislosti (sadni in zelenjavni izdelki)

Potenciometrijska metoda

Princip in uporaba

Metoda temelji na potenciometrijski titraciji z raztopino natrijevega hidroksida. Metodo uporabljamo za določanje skupne kislosti sadja in vrtnin ter sadnih in zelenjavnih izdelkov.

Aparatura in pribor

Poleg običajne laboratorijske opreme uporabljamo še:

- 1) čašo s prostornino 250 ml z elektromagnetnim ali mehničnim mešalnikom;
- 2) graduirani pipeti s prostornino 25 in 100 ml;
- 3) merilno bučko s prostornino 250 ml;
- 4) homogenizator ali terilnico;
- 5) erlenmajerico s povratnim hladilnikom;
- 6) analitsko tehtnico;
- 7) potenciometer s stekleno elektrodo;
- 8) bireto s prostornino 100 ml.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) natrijev hidroksid, raztopino s c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 2) puferno raztopino znanega pH.

Priprava vzorca

Tekoči izdelki in izdelki, ki se lahko filtrirajo (sadni sirupi, slane tekočine, fermentirani

izdelki) - Laboratorijski vzorec homogeniziramo in filtriramo skozi vato ali filtrirani papir. S pipeto odmerimo 25 ml filtrata, ga prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml, dopolnimo do oznake z vodo in dobro pretresemo.

Opomba: Pri gaziranih izdelkih moramo poprej pod znižanim tlakom s 3 do 4-minutnim stresanjem odstraniti ogljikov dioksid.

Vzorec lahko merimo tudi po masi: približno 25 g vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g.

Drugi izdelki - Iz vzorca odstranimo peclje, koščice in peščišča, po možnosti pa tudi seme. Če je izdelek zamrznjen, ga moramo poprej odtajati, tekočino, ki izteče pri tem, pa mu dodati pred homogenizacijo.

Posušeni in dehidrirani izdelki - Razrežemo jih z nožem na koščke, nato laboratorijski vzorec premešamo v homogenizatorju ali terilnici.

25 g laboratorijskega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g in s 50 ml vode kvantitativno prenesemo v erlenmajerico. Vsebino mešamo, dokler ne postane tekočina homogena. Erlenmajerico spojimo s povratnim hladilnikom in vsebino segrevamo na vodni kopeli približno 30 minut. Ohlajeno vsebino erlenmajerice kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml in dopolnimo do oznake s sveže prekuhano in ohlajeno destilirano vodo, nato pa filtriramo.

Določanje s potenciometrijsko titracijo

Za umerjanje potenciometra uporabljamo puferno raztopino.

Količina vzorca za analizo

Odvisno od pričakovane kislosti, odmerimo s pipeto 25 ml do 100 ml pripravljenega vzorca in ga prenesemo v čašo z mešalnikom.

Titracija

Vklopimo mešalnik, nato iz birete hitro dodajamo raztopino natrijevega hidroksida, dokler ni pH približno 7. Zatem raztopino dodajamo počasneje, dokler ni pH $8,1 \pm 0,2$. Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračunavanje

Vzorec, merjen po prostornini

Skupno kislost, izraženo v milimolih monobazne kisline na 100 ml izdelka, če upoštevamo razredčitev, izračunamo po formuli:

$$\frac{250 \cdot V_1 \cdot c \cdot 100}{25 \cdot V_0} = \frac{1000 \cdot V_1 \cdot c}{V_0}$$

Vzorec, merjen po masi

Skupno kislost, izraženo v milimolih monobazne kisline na 100 g izdelka, če upoštevamo razredčitev, izračunamo po formuli:

$$\frac{250 \cdot V_1 \cdot c \cdot 100}{m \cdot V_0}$$

kjer je:

V₀ - prostornina vzorca v ml;

V₁ - prostornina raztopine natrijevega hidroksida, porabljenega za določanje, v ml;

c - točna koncentracija raztopine natrijevega hidroksida v mol/l;

m - masa vzorca v g.

Drug način izražanja skupne kislosti

Skupno kislost lahko izrazimo, kot je običajno, s številom gramov kisline na 100 g ali 100 ml izdelka tako, da dobljene vrednosti pomnožimo z ustreznim faktorjem ene izmed kislin, navedenih v tabeli 5.

Tabela 5. Faktorji za preračunavanje skupne kislosti

Kislina	Faktor
jabolčna	0,067
oksalna	0,045
citronska (monohidrat)	0,070
vinska	0,075
ocetna	0,060
mlečna	0,090

Ustrezne kisline so:

- jabolčna kislina - pri izdelkih iz pečkastega in koščičastega sadja;
- citronska kislina - pri izdelkih iz jagodičastega sadja in citrusov;
- vinska kislina - pri izdelkih iz grozdja;
- oksalna kislina - pri izdelkih iz špinače in kislice;
- mlečna kislina - pri biološko konzerviranih izdelkih;
- ocetna kislina - pri mariniranih izdelkih.

Izražanje rezultatov

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo na eno decimalko.

Metoda, ki temelji na spremembi barve indikatorja

Princip in uporaba

Metoda temelji na titraciji z raztopino natrijevega hidroksida v prisotnosti fenolftaleina kot indikatorja.

Uporabljamo jo za določanje skupne kislosti sadja in vrtnin ter sadnih in zelenjavnih izdelkov.

Aparatura in pribor

Uporabljamo naslednji pribor:

- 1) homogenizator ali terilnico;
- 2) graduirani pipeti s prostornino 25 ml in 100 ml;
- 3) erlenmajerico s povratnim hladilnikom;
- 4) merilno bučko s prostornino 250 ml;
- 5) bireto s prostornino 100 ml;
- 6) analitsko tehtnico;
- 7) čaša z ustrežno prostornino.

Reagenti

Uporabljamo naslednje reagente:

- 1) raztopino natrijevega hidroksida, s c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 2) raztopino 10 g fenolftaleina v 1 l 95 %-nega etanola (V/V).

Priprava vzorca

Tekoči izdelki in izdelki, ki se lahko filtrirajo (sadni sirupi, slane tekočine, fermentirani

izdelki) - Laboratorijski vzorec dobro premešamo in filtriramo skazi vato ali filtrirni papir. S pipeto odmerimo 25 ml filtrata, ga prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml,

dopolnimo do oznake in dobro pretresemo.

Opomba: Pri gaziranih izdelkih moramo poprej pod znižanim tlakom z 2 do 3-minutnim stresanjem odstraniti CO₂.

Vzorec lahko merimo tudi po masi: približno 25 g pripravljenega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g.

Drugi izdelki - Iz laboratorijskega vzorca odstranimo peclje, koščice, peščiča, po možnosti pa

tudi seme. Če je izdelek zamrznjen, ga moramo poprej odtajati, tekočino, ki izteče pri tem, pa

mu dodati pred homogenizacijo.

Posušene in dehidrirane izdelke razrežemo na koščke. Laboratorijski vzorec nato premešamo v homogenizatorju ali terilnici.

25 g laboratorijskega vzorca odtehtamo z natančnostjo 0,01 g in s 50 ml vode kvantitativno prenesemo v erlenmajerico. Vsebino mešamo, dokler ne postane tekočina homogena. Nato erlenmajerico spojimo s povratnim hladilnikom in vsebino segrevamo na vodni kopeli približno 30 minut. Ohlajeno vsebino erlenmajerice kvantitativno prenesemo v merilno bučko s prostornino 250 ml in dopolnimo do oznake s sveže prekuhano in ohlajeno destilirano vodo, nato pa filtriramo.

Količina vzorca za analizo

Odkvisno od pričakovane kislosti, odmerimo s pipeto 25 ml do 50 ml ali 100 ml vzorca za analizo in ga prenesemo v čašo z ustrežno prostornino.

Določanje skupne kislosti

V odmerjeno količino vzorca za analizo dodamo 0,25 ml do 0,5 ml raztopine fenolftaleina in med stresanjem titriramo z raztopino natrijevega hidroksida, dokler se ne pojavi svetlo rožnata barva, ki je obstojna najmanj 30 sekund.

Z istim vzorcem za analizo opravimo najmanj dve določanji.

Izračun

Enako kot pri potenciometrični metodi!

Drug način izražanja skupne kislosti

Enako kot pri potenciometrični metodi!

Izražanje rezultatov

Kot rezultat vzamemo srednjo vrednost dveh določanj, če so izpolnjene zahteve glede ponovljivosti.

Rezultat izrazimo na eno decimalko.

Kislost medu - titrimetrična metoda (AOAC 962.19, 1999)

Princip:

Titracija vzorca z 0,05 M NaOH do pH 8,5, dodatek 10 ml NaOH in ponovna titracija z 0,05 M HCl do pH 8,3.

Reagenti:

- 0,05 M NaOH
- 0,05 M HCl

Pribor:

- steklene čaše (100 ml)
- titracijska enota

Izvedba:

Priprava vzorca: Odtehtamo 10 g vzorca v čašo in ga raztopimo v 75 ml destilirane vode. Dodamo magnet, ki nam s pomočjo mešala ustvarja homogenost vzorca. Po kalibraciji pH metra potopimo elektrode pH metra v raztopino in zabeležimo začetno vrednost pH. Titriramo z 0,05 M NaOH do pH 8,5. Dodamo 10 ml 0,05 M NaOH in titriramo z 0,05 M HCl do pH 8,3.

Slepi vzorec: Titracija 85 ml destilirane vode z 0,05 M NaOH do pH 8,5.

Račun:

Kislost izrazimo kot miliekvivalent/kg vzorca.

Vsebnost prostih kislin: $PK = (a - b) \cdot c_{(NaOH)} \cdot 100$

a=ml 0,05 M NaOH pri 1. titraciji vzorca

b=ml 0,05 M NaOH pri titraciji slepega vzorca

Vsebnost laktonov: $LA = (10 \text{ ml } 0,05 \text{ M HCl pri } 2. \text{ titraciji vzorca}) \cdot c_{(HCl)} \cdot 100$

Vsebnost skupnih kislin: $SK = PK + LA$

Določanje točne molarnosti 0,1 M HCl

Princip:

Točno odtehto boraksa ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) raztopimo in titiramo s pripravljeno 0,1 M HCl. Iz odtehte in volumna porabe izračunamo točno molarnost 0,1 M HCl.

Reakcija:



Reagenti:

boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$)
metiloranž

Delo:

Odtehtamo 0,2 g boraksa v erlenmajerico in ga raztopimo v 100 ml destilirane vode. Dodamo nekaj kapljic indikatorja metiloranža in titiramo s pripravljeno 0,1 M HCl. Ekvivalentna točka nastopi pri preskoku barve iz rumene v oranžno (čebulno barvo).

Račun:

$$\frac{n(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{n(\text{HCl})} = \frac{1}{2}$$

$$n(\text{HCl}) = 2 \times n(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)$$

$$c(\text{HCl}) \times V(\text{HCl}) = 2 \times \frac{m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}$$

$$c(\text{HCl}) = 2 \times \frac{m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)}{M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) \times V(\text{HCl})}$$

$$M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}) = 381,37 \text{ g/mol}$$

Rezultat:

.....mol/dm³ - podan kot povprečje določitev.