

# **PRIRUČNIK ZA VJEŽBE IZ KOLEGIJA „TEHNOLOGIJA BEZALKOHOLNIH PIĆA”**

*Sandra Zavadlav*

*Svaka stvar zahtijeva prethodno znanje.*

*Sun Tzu*



VELEUČILIŠTE U KARLOVCU  
ODJEL PREHRAMBENE TEHNOLOGIJE

**SANDRA ZAVADLAV**

PRIRUČNIK ZA VJEŽBE IZ KOLEGIJA  
„TEHNOLOGIJA BEZALKOHOLNIH PIĆA”



**Karlovac, 2015.**

Mrežna stranica izdavača: [www.vuka.hr](http://www.vuka.hr)

Autor: **Sandra Zavadlav, dipl.ing.**

**ISBN: 978-953-7343-84-2**

Izdavač: Veleučilište u Karlovcu

Za izdavača: dr. sc. Branko Wasserbauer, prof. v. š.

Recenzenti:

Prof. dr. sc. Tomislav Petrak, redovni profesor u trajnom zvanju, Prehrambeno-biotehnološki fakultet Sveučilišta u Zagrebu

Prof. dr. sc. Midhat Jašić, redovni profesor u trajnom zvanju, Tehnološki fakultet Univerziteta u Tuzli

Doc. dr. sc. Marijana Blažić, viši predavač, Veleučilište u Karlovcu

Redni broj izdanja: 1.

Broj stranica: 69

Broj slika: 63

Broj tablica: 7

Broj dijagrama: 2

Broj referenci: 27

Objavljivanje ovog veleučilišnog Priručnika odobrilo je Povjerenstvo za izdavačku djelatnost Veleučilišta u Karlovcu Odlukom o izdavanju publikacije br. **7.5-13-2015-3**.

Copyright © Veleučilište u Karlovcu

## SADRŽAJ:

<b>1. UVOD .....</b>	<b>6</b>
<b>2. LABORATORIJ ZA IZVOĐENJE VJEŽBI .....</b>	<b>7</b>
2.1. OPĆA PRAVILA PONAŠANJA ZA SIGURAN RAD U LABORATORIJU.....	8
2.2. OBVEZE STUDENATA .....	8
2.3. PREKRŠAJI U LABORATORIJU .....	8
2.4. OPĆE NAPOMENE DOBRE LABORATORIJSKE PRAKSE.....	9
2.5. PONAŠANJE U SLUČAJU NEZGODE .....	9
2.6. KAKO SE POZIVAJU SLUŽBE U NEZGODI.....	10
2.7. OBVEZE NASTAVNOG OSOBLJA.....	10
<b>3. PROTOKOLI ZA IZVOĐENJE LABORATORIJSKIH VJEŽBI.....</b>	<b>11</b>
VJEŽBA 1.....	12
3.1. Određivanje mehaničkog sastava sirovine.....	12
VJEŽBA 2 .....	14
3.2. Proizvodnja domaćeg prirodnog soka od naranče.....	14
VJEŽBA 3.....	15
3.3. Određivanje topljive suhe tvari metodom refraktometrije.....	15
VJEŽBA 4.....	17
3.4. Određivanje pH vrijednosti metodom zasnovanom na kiselo-lužnatim reakcijama .....	17
3.4.1. Princip određivanja pH vrijednosti pomoću instrumenta .....	19
VJEŽBA 5.....	20
3.5. Određivanje gustoće areometrom .....	20
3.5.1. Određivanje gustoće piknometrom .....	22
VJEŽBA 6.....	24
3.6. Određivanje ukupne suhe tvari sušenjem na 105 <sup>0</sup> C.....	24
VJEŽBA 7.....	26
3.7. Određivanje mineralnih nečistoća.....	26
VJEŽBA 8.....	29

3.8. Određivanje pepela netopljiva u solnoj kiselini .....	29
VJEŽBA 9.....	31
3.9. Određivanje direktno reducirajućih i ukupnih šećera Luffovom otopinom .....	31
VJEŽBA 10.....	38
3.10. Određivanje L–askorbinske kiseline (vitamina C) u voćnim sokovima jodimetrijskom metodom	38
3.10.1. Potvrдна metoda.....	40
VJEŽBA 11.....	42
3.11. Određivanje ukupne kiselosti (potenciometrijska metoda) .....	42
VJEŽBA 12.....	46
3.12. Određivanje slobodnog CO <sub>2</sub> u osvježavajućim bezalkoholnim pićima .....	46
VJEŽBA 13.....	48
3.13. Određivanje slobodnog CO <sub>2</sub> pomoću manometra .....	48
VJEŽBA 14.....	49
3.14. Određivanje natrijevog klorida standardnom metodom za voće i povrće.....	49
VJEŽBA 15.....	51
3.15. Određivanje u vodi netopljivih tvari - analiza marmelade .....	51
VJEŽBA 16.....	53
3.16. Neto sadržaji.....	53
VJEŽBA 17.....	57
3.17. Neto sadržaji.....	57
<b>4. LITERATURA .....</b>	<b>61</b>
<b>5. PRILOZI .....</b>	<b>63</b>
<b>ZAHVALE .....</b>	<b>67</b>
<b>O AUTORU .....</b>	<b>68</b>

## PREDGOVOR

Priručnik za laboratorijske vježbe iz kolegija „Tehnologija bezalkoholnih pića” pisan je za studente Veleučilišta u Karlovcu, Odjela prehrambene tehnologije, u skladu s nastavnim programom. Ovaj je materijal pisan da bi se studentima, uz odgovarajući ostali materijal, olakšalo izvođenje laboratorijskih vježbi i učenje. Protokoli za izvođenje laboratorijskih vježbi pisani su u skladu s trenutnom opremljenošću laboratorija i kako će se laboratorij, kroz vrijeme, osuvremenjivati tako će ovaj Priručnik biti obogaćivan. Gotovo sve slike u Priručniku su vlastite fotografija autora.

Priručnik se sastoji od dva dijela. Prvi dio je teorijski, pisan s ciljem da bi se studenti lakše snalazili u laboratoriju, a drugi dio objedinjava procedure za izvođenje praktičnih vježbi. Treća, četvrta i peta vježba su uvodne vježbe kroz koje će se studenti prisjetiti zakonitosti opće i organske kemije te s razumijevanjem nastaviti s izvođenjem ostalih vježbi. Ovaj Priručnik prvenstveno služi studentima Veleučilišta u Karlovcu, Odjela prehrambene tehnologije. Priručnik također može koristiti studentima Tehnološkog fakulteta Univerziteta u Tuzli.

Iskoristit ću ovu priliku i zahvaliti se recenzentima.

*Sandra Zavadlav*

## 1. UVOD

Nema nijedne dostupne definicije koja bi obuhvatila osobitost svih osvježavajućih bezalkoholnih pića. Međutim, u svijetu je općenito prihvaćeno da su to zaslađena pića na bazi vode, obično s uravnoteženom kiselooću. Vrlo često su aromatizirana, mogu biti obojena, a određene vrste sadrže izvjesnu količinu voćnog soka, voćne pulpe i druge prirodne sastojke. Osnovni i prevladavajući sastojak je voda i stoga je osnovna fiziološka funkcija ovih napitaka hidratacija organizma, dok sladila daju slatkoću i, ako su prirodna sredstva za zaslađivanje, ona su osnova energetske vrijednosti proizvoda. Neki sastojci zastupljeni u malim količinama mogu pridonijeti ukupnoj dnevnoj potrebi esencijalnih tvari. U nekim je zemljama općenito prihvaćeno da pojam osvježavajuća pića (soft drinks) isključuje čaj, kavu, mliječne napitke i, do sada, pića koja sadrže alkohol. Pića poput vode i mineralne vode, koja također ne sadržavaju alkohol, u prometu se ne označavaju kao osvježavajuća bezalkoholna pića.

U grupi osvježavajućih pića razlikujemo dva osnovna tipa pića:

- proizvodi za izravnu uporabu za piće i
- koncentrirana osvježavajuća pića.

Prema Pravilniku o temeljnim zahtjevima za osvježavajuća bezalkoholna pića i soda-vodu (NN 23/97, 40/97, 112/97 i 114/04) osvježavajuća bezalkoholna pića su proizvodi dobiveni odgovarajućim tehnološkim postupkom od vode ili mineralne vode, šećera, voćnog soka, koncentriranog voćnog soka, voćne pulpe, voćnog marka, voćne baze, biljnih ekstrakata, žitarica, proizvoda od žitarica, sirutke, proizvoda od sirutke, sirupa za osvježavajuća bezalkoholna pića, s dodatkom ili bez dodatka ugljičnog dioksida i aditiva dozvoljenih odgovarajućim propisima.

Ovisno o pojedinim sastojcima i aditivima, osvježavajuća bezalkoholna pića proizvode se i stavljaju u promet kao:

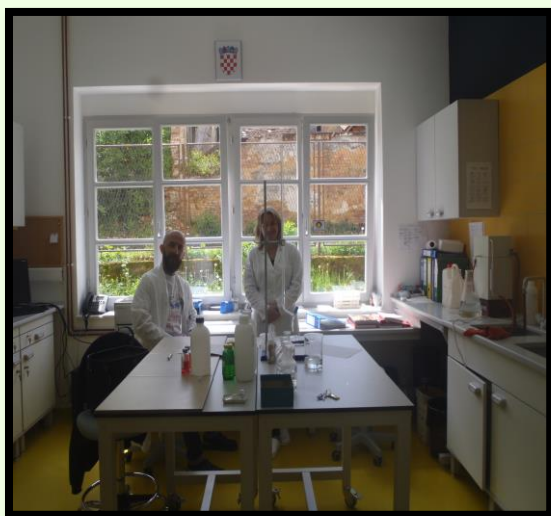
- osvježavajuće bezalkoholno piće od voćnog soka,
- osvježavajuće bezalkoholno piće od voćne baze,
- osvježavajuće bezalkoholno piće od biljnih ekstrakata,
- osvježavajuće bezalkoholno piće od žitarica ili sirutke,
- umjetno osvježavajuće bezalkoholno piće,
- niskoenergetsko osvježavajuće bezalkoholno piće.

Pravilnikom o temeljnim zahtjevima za osvježavajuća bezalkoholna pića i soda-vodu (NN 23/97, 40/97, 112/97 i 114/04) i Pravilnikom o općem deklariranju ili označavanju hrane (NN 117/03, 130/03, 48/04), propisani su uvjeti kojima ti proizvodi (osvježavajuća bezalkoholna pića, sokovi, praškovi, te pastile za osvježavajuća bezalkoholna pića i soda-vodu) moraju udovoljavati, kao i temeljni zahtjevi za očuvanje kakvoće tih proizvoda, način deklariranja i elemente deklaracije, a u svrhu zaštite zdravlja i života ljudi te interesa potrošača.

Za svaki od navedenih proizvoda Pravilnikom je određena najveća dopuštena količina aditiva (konzervansa, bojila, antioksidansa, modificiranih škrobova, pufera, kiselina, lužina, emulgatora, stabilizatora i zgušćivača) i najveća dopuštena količina etanola koja ne smije prekoračiti granicu od 2 g/l, odnosno samo za osvježavajuća bezalkoholna pića od biljnih ekstrakata granicu od 3 g/l. Gazirana i negazirana osvježavajuća bezalkoholna pića najtraženiji su napitci kod nas kao i u svijetu.

## 2. LABORATORIJI ZA IZVOĐENJE VJEŽBI

Za gotovo sve kolegije nastava se na Veleučilištu u Karlovcu organizira kroz predavanja i vježbe. Vježbe mogu biti auditorne ili laboratorijske. Za potrebe izvođenja laboratorijskih vježbi u funkciji su dva analitička laboratorija u novoobnovljenoj zgradi zvanj „Kanarinac ” unutar kompleksa Veleučilišta u Karlovcu na lokaciji Trga J. J. Strossmayera 9. Laboratorij vodi tehničarka koja je uz predmetnog nastavnika prisutna pri održavanju vježbi te nadzire provedbu propisanog Protokola i brine za sigurnost studenata.



**Slika 1.** Prostorija za tehničara



**Slika 2.** Mali analitički laboratorij



**Slika 3.** Veliki analitički laboratorij



## 2.1. OPĆA PRAVILA PONAŠANJA ZA SIGURAN RAD U LABORATORIJU

Priroda laboratorijskog rada je takva da uvijek postoji mogućnost ozljeda. Da bi se ta mogućnost svela na minimum, odnosno uklonila, svaki je student dužan radu pristupiti ozbiljno, pridržavajući se mjera opreza i zaštite:

- u laboratorij se ne smije unositi hrana, piće ni bilo koji drugi suvišni predmeti,
- potrebno je pridržavati se uputa za izvođenje pokusa, upozorenja o mjerama opreza i zaštite pri radu s opasnim kemikalijama, te uputa o postupanju s otpadnim kemikalijama,
- ne smiju se izvoditi pokusi za koje voditelj vježbi nije dao upute,
- ne smiju se dirati posude i pribor u laboratoriju bez dopuštenja voditelja vježbi,
- ne smije se naslanjati na dijelove namještaja ni pokušavati sjesti na slobodne plohe u laboratoriju,
- ne smije se zavirivati u otvor posuda u kojima se odvija eksperiment, a radi zaštite očiju potrebno je cijelo vrijeme boravka u laboratoriju nositi zaštitne bezdioptrijske naočale koje osiguravaju djelatnici laboratorija,
- u slučaju da i pored poduzetih mjera zaštite dođe do kontakta kože i očiju s kemikalijama, potrebno ih je odmah isprati mlazom hladne vode u trajanju od najmanje pet minuta, a daljnje liječenje poduzima se prema prirodi kemikalije i procijenjenog oštećenja,
- ozljede se moraju obvezno prijaviti voditelju vježbi ili tehničkom osoblju.

## 2.2. OBVEZE STUDENATA

Studenti su obvezni prisustvovati vježbama u određeno vrijeme i prema određenom rasporedu. Studenti su se dužni pripremiti za vježbu te aktivno sudjelovati u njenom provođenju uz pridržavanje dobivenih pismenih i usmenih uputa. Studenti su dužni o primijećenim nedostacima ili nastaloj šteti smjesta obavijestiti prisutnog nastavnika, asistenta, stručnog suradnika ili laboranta.

## 2.3. PREKRŠAJI U LABORATORIJU

Teški prekršaji reda u laboratoriju, zbog kojih će prekršitelj biti udaljen iz laboratorija uz poduzimanje daljnjih disciplinskih mjera su:

- nepridržavanje općih pravila ponašanja za siguran rad u laboratoriju,
- namjerno zanemarivanje upozorenja i uputa o opasnostima u laboratoriju i mjerama sigurnosti,
- izvođenje radnji koje su izvan plana rada,
- površan i neodgovoran rad u laboratoriju,
- namjerno oštećenje uređaja, instrumenata ili predmeta u laboratoriju,
- neovlašteno pristupanje i uključivanje uređaja u laboratoriju,
- namjerno zatajivanje ili neprijavlivanje nastalih šteta i primijećenih neispravnosti.

## 2.4. OPĆE NAPOMENE DOBRE LABORATORIJSKE PRAKSE

Za uspješan rad u laboratoriju potrebno je pridržavati se osnovnih pravila i napomena koje omogućavaju izvođenje vježbi na siguran način. Ta pravila su:

- **Proučavanje eksperimenata prije svake vježbe**

Prije svake vježbe potrebno je dobro proučiti predviđene eksperimente koji će se izvoditi i razmisliti o njihovim teorijskim načelima te o svrsi njihova izvođenja. Potrebno je temeljito proučiti upute za izvođenje pojedinog eksperimenta, te mjere opreza koje se pri tome moraju poduzeti radi vlastite sigurnosti i sigurnosti ostalih studenata u laboratoriju. Ako postoje bilo kakve nejasnoće vezane za izvođenje eksperimenta ili postoje nejasnoće vezane za načela na kojima se temelji eksperiment, potrebno je zamoliti **voditelja** vježbi da ih razjasni.

- **Samostalnost u izvođenju eksperimenata**

Potrebno je razvijati samostalnost i sve eksperimente, osim onih koji zahtjevaju grupni rad, izvoditi samostalno.

- **Kritičnost!**

Prije izvođenja eksperimenta treba predvidjeti sve ono što može utjecati na rezultate mjerenja. Nakon završenog eksperimenta, treba razmisliti imaju li dobiveni rezultati smisla. Na temelju već postojećih teorijskih znanja, treba procijeniti u kojim bi granicama trebao biti rezultat i usporediti ga s rezultatima vlastitog mjerenja. Ako postoji sumnja u ispravnost dobivenih rezultata, uz dogovor s **voditeljem** vježbi treba ponoviti eksperiment.

- **Organiziranost**

Sistematičnost, urednost i čistoća su na prvom mjestu tijekom izvođenja eksperimenta. Eksperiment neće uspjeti i dati očekivani rezultat ako se koristi prljavo laboratorijsko posuđe i pribor. Potrebno je provjeriti instrumente prije mjerenja te izvršiti potrebne kalibracije. Uređaji se ne smiju uključivati prije odobrenja **voditelja** vježbi i njegove provjere jesu li uređaji pravilno spojeni. Opažanja i rezultate eksperimenta treba bilježiti uredno, pregledno i logičkim slijedom.

- **Sudjelovanje u raspravi**

Nakon provedenog eksperimenta, treba raspraviti dobivene rezultate s ostalim studentima u grupi i s voditeljem vježbi te izvršiti odgovarajući zaključak.

## 2.5. PONAŠANJE U SLUČAJU NEZGODE

U slučaju nezgode često dolazi i do panike što umanjuje racionalno napuštanje, stoga se treba pridržavati osnovnih pravila pri nezgodi:

- što prije napustiti ugroženi prostor,
- evakuirati ozlijeđene i pružiti im prvu pomoć,
- pozvati hitnu medicinsku službu, vatrogasce, policiju,

<b>+385 112</b>	<b>Poziv za žurnu pomoć</b>
<b>+385 192</b>	<b>Policija</b>
<b>+385 194</b>	<b>Hitna pomoć</b>
<b>+385 193</b>	<b>Vatrogasci</b>

- ostati uz ozlijeđene dok ne dođe hitna služba,
- surađivati s nastavnim i tehničkim osobljem.

## 2.6. KAKO SE POZIVAJU SLUŽBE U NEZGODI

Pri pozivanju hitnih službi, radi njihova što bržeg dolaska, treba postupati prema navedenom redosljedju:

- **reći tko zove,**
- **gdje se nezgoda dogodila,**
- **što se dogodilo,**
- **koliko je ozlijeđenih i**
- **čekati dok služba ne dođe.**

## 2.7. OBVEZE NASTAVNOG OSOBLJA

Nastavno je osoblje dužno voditi brigu o sigurnosti i redu tijekom svih aktivnosti u laboratoriju. Nastavno je osoblje dužno i ovlašteno upozoriti, i prema potrebi udaljiti iz laboratorija studente koji svojom nepripravnošću, nepridržavanjem navedenih Pravila ili na bilo koji sličan način dovode ili bi mogli dovesti u opasnost živote ili zdravlje osoba, kao i prouzročiti materijalne štete. Nastavno osoblje ima obvezu pomoći studentima u izvođenju vježbe i, ukoliko postoji potreba, dodatno objasniti korake propisane u Protokolu za izvođenje odgovarajuće vježbe. Nastavno osoblje treba na vrijeme obavijestiti studente o eventualno nastalim promjenama.

### NAPOMENA

Studenti su obvezni proučiti tekst ovog Priručnika prije izvođenja vježbi. Smatra se da su studenti kroz poglavlje 2. upućeni u svoje obveze, prava te sankcije ukoliko dođe do neprimjerenih radnji prema Pravilniku o stegovnoj odgovornosti studenata (SV-58., 27.06.2013.), dostupno na: [www.vuka.hr](http://www.vuka.hr).

### 3. PROTOKOLI ZA IZVOĐENJE LABORATORIJSKIH VJEŽBI

*Učenje bez razmišljanja je prazno,  
razmišljanje bez učenja je opasno.*

*Lao Tse*

**VJEŽBA 1.****3.1. Određivanje mehaničkog sastava sirovine****Princip i promjena**

U tehnologiji prerade razlikuju se dva elementa koja definiraju iskoristivost sirovine, i to upotrebljivi i neupotrebljivi dio ili nusprodukt. Pod nusproduktom se podrazumijeva sve ono što se u određenom tehnološkom procesu u tom trenutku ne koristi. Odnos korisnog i nekorisnog dijela izražava se u postotcima i predstavlja randman.

**Aparatura i pribor**

- Kuhinjski nož,
- Tanjurić,
- Podložak,
- Tehnička vaga (Slika 4.).

**Postupak**

Izvagati cijeli plod jabuke. Kuhinjskim nožem odstraniti eventualna oštećenja na uzorku jabuke, oguliti kožicu te je izvagati na tehničkoj vagi. Zatim jabuci nožem odstraniti peteljku i cijelu sjemenu ložu zajedno s košticama tako da ostanu čiste mesne polovice. Posebno izvagati kompletnu odstranjenu sjemenu ložu i mesne polovice. Tijekom čišćenja potrebno je prikupiti sljedeće podatke:

m (cijelog ploda jabuke) =

m (kožice jabuke) =

m (peteljka+sjemena loža+koštice) =

m (mesne polovice) =



**Slika 4.** Tehnička vaga

**Izračun**

ISKORISTIVOST (%) =  $m(\text{mesnih polovica}) / m(\text{cijelog ploda}) \times 100$

UDIO OTPADA (%) =  $m(\text{nusprodukta}) / m(\text{cijelog ploda}) \times 100$

### Zadatak

Izračunati iskoristivost sirovine!

Izračunati udio nusproizvoda u sirovini!

### Dobro je znati!

Zastupljene sorte jabuka na domaćem tržištu:



**Slika 5.** Sorta jabuke Golden Delicious



**Slika 6.** Sorta jabuke Jonagold



**Slika 7.** Sorta jabuke Idared



**Slika 8.** Sorta jabuke Gala

### NAPOMENA

Nisu sve sorte jabuka prikladne za proizvodnju soka od jabuka pa treba na osnovu degustacija određenih mjerenih parametara odabrati optimalne kombinacije sorti. Sok od jabuka mora imati barem 12°Brix suhe tvari i barem 4 g/l ukupnih kiselina kod pH 3,2 ili 5 g/l kod pH 3,5.

S obzirom na to da je posvuda najtraženiji sok od jabuke, na slikama 5., 6., 7. i 8. prikazano je nekoliko najpoznatijih i najtraženijih sorti jabuka.

**VJEŽBA 2.****3.2. Proizvodnja domaćeg prirodnog soka od naranče****Princip i primjena**

Svježi sok od naranče sadrži skoro 87% vode i bogat je kalijem, kalcijem i magnezijem. Osim navedenih minerala, u njemu ima i silicija. Sok od naranče je izvor vitaminima A, B i C. Naranča je jedna od rijetkih vrsta voća čije alkalijsko djelovanje neočekivano brzo ublažava pretjeranu kiselinu tijela. Često je sok od naranče najbolji sok koji se može piti za vrijeme posta; uzimanje obroka od naranče i narančina soka bez ijedne druge živežne namirnice tri do šest dana, svakodnevno u bogatim količinama, pokazalo se izuzetno korisnim. Sok od naranče je potrebno konzumirati unutar petnaest minuta od njegova cijedenja budući da brzo oksidira.

**Sastojci**

- 2 kg domaćih naranči,
- 1,5 l vode,
- 2 kg šećera,
- 40 g limunske kiseline,
- 3 domaća limuna.

**Postupak**

Naranče je potrebno temeljito isprati, naribati koricu te potom iscijediti sav sok. Naribanu koru preliti vodom i pustiti da odstoji na hladnome tijekom 24 sata. Iscijedeni sok od naranče također u međuvremenu pohraniti na hladnom mjestu. Nakon 24 sata naribanu koru od naranči procijediti te u procijedeni sok dodati šećer, neprestano miješajući dok se šećer u potpunosti ne rastopi. Potom doliti sok od naranče, sok od limuna i limunsku kiselinu. Sve sastojke dobro izmiješati te dobiveni sok pretočiti u čiste staklene boce. Ukoliko je potrebno produljiti rok trajanja, proizvod je potrebno pasterizirati.



**Slika 9.** Domaći sok od naranče

**Zadatak**

Deklarirati pripremljeni domaći sok od naranče prema važećem Pravilniku o općem deklariranju ili označavanju hrane, stavak II. -SADRŽAJ DEKLARACIJE.

**NAPOMENA**

Domaći, nepasterizirani sok od naranče čuvati na temperaturi od 4 °C, te ga upotrijebiti unutar 7 dana.

### VJEŽBA 3.

#### 3.3. Određivanje topljive suhe tvari metodom refraktometrije

##### Princip i primjena

Refraktometrija se kao analitički postupak temelji na poznatom fizikalnom zakonu loma (refrakcije) svjetla, prema kojem se zraka svjetla, prelazeći iz jedne prozirne tvari u drugu, lomi pod određenim kutom na razdjelnoj graničnoj ravnini, u kojoj se te dvije tvari dodiruju. Taj kut, nazvan indeks loma, uz standardne je uvjete temperature i gustoće prozirnih tvari konstantne veličine, a mjeri se u kutnim stupnjevima. Topljiva suha tvar može se odrediti ručnim refraktometrom (Slika 10. i 11.). Tako određena količina suhe tvari prividna je i izražava se kao vrijednost saharoze, a naziva se prividnim šećerom. Određivanje topljive suhe tvari u proizvodima od voća i povrća temelji se na očitavanju topljive suhe tvari izravno na ljestvici refraktometra ili na mjerenju indeksa refrakcije ispitivane otopine na 20°C, na temelju kojeg se pomoću tablice izračunava količina topljive suhe tvari. Ova se metoda primjenjuje prije svega na tekuće i poluguste (kašaste) proizvode od voća i povrća te na proizvode s cijelim plodovima i dijelovima plodova.

##### Aparatura i pribor

- refraktometar s ljestvicom za mjerenje indeksa refrakcije, graduiranom na 0,001, s mogućnošću procjene do 0,0002, koji mora biti podešen tako da na 20°C pokazuje za destiliranu vodu 0% suhe tvari.
- refraktometar s ljestvicom za izravno očitavanje suhe tvari (mase saharoze) u postotcima, graduiran na 0,5%, s mogućnošću procjene 0,25%, koji mora biti podešen tako da na 20°C pokazuje za destiliranu vodu 0% suhe tvari.
- uređaj za cirkulaciju vode koji održava konstantnu temperaturu prizmi refraktometra na 20°C s točnošću od 0,5°C.

Zbog jednostavnosti upotrebe, ručni je refraktometar pogodan za određivanje šećera na proizvodnoj površini. Laboratorijski refraktometar ima precizniju podjelu skale s mogućnošću točnijeg očitavanja. Refraktometar je baždaren prema destiliranoj vodi na 20°C, prema kojoj mu je utvrđena 0 (nula) na skali za očitavanje te prema otopini šećera (saharoze), prema kojoj mu je određen raspon skale za očitavanje. Razdjelci na skali odgovaraju postotku šećera te su i označeni kao postotak i Brixovi stupnjevi. Analitička je upotreba refraktometra višestruka, a najviše se upotrebljava za određivanje kvantitativnog sastava i količine topljive suhe tvari neke sirovine. Određivanje kvantitativnog sastava odnosi se na određivanje postotka neke prirodne tvari u njezinoj vodenoj otopini.



Slika 10. Ručni optički refraktometar



Slika 11. Digitalni refraktometar



## NAPOMENA

Pri kupovini ručnog optičkog refraktometra treba obratiti pažnju na tip koji ćemo kupiti. Postoje refraktometri i za niže vrijednosti, npr. do 18°Brixa (za razliku od refraktometra za med 90°Brixa).

## Postupak

Na početku rada refraktometar baždariti pomoću destilirane vode pri sobnoj temperaturi. Pomoću staklenog štapića dio uzorka staviti na donju učvršćenu prizmu refraktometra. Poklopiti prozirnim poklopcem i usmjeriti prema izvoru svjetla. Izvor svjetlosti postaviti tako da se dobro osvijetli vidno polje. Topljivu suhu tvar direktno očitavati na ljestvici refraktometra.

Stupanj Brix-a odgovara 1g šećera na 100 grama otopine, što vrijedi i za stupnjeve Baumea. Razlika je u načinu baždarenja, u kojoj se za °Brixa koristi čista saharoza, a za ° Baumea (Bé) se koristi otopina natrij klorida. Otuda različite skale. Neki odnosi prikazani su u sljedećoj Tablici koja služi i za jednostavno preračunavanje.

**Tablica 1.** Odnosi stupanj Brix-a, g/l šećera i ° Baumea (Bé)

Stupnjevi Brix-a	g/l šećera	Stupnjevi Baumea (Bé)
6	61,1	3,35
8	82,6	4,46
10	106,1	5,57
12	125,8	6,68
14	147,3	7,79
38	443,0	20,89
40	470,0	21,97
42	498	23,04
44	526	24,10
46	553	25,17
64	838	34,53
66	872	35,55
68	906	36,53
70	941	37,36

## NAPOMENA

Određivanje se obavlja dva puta na istome pripremljenom ispitnom uzorku.

**Dobro je znati!**

Optički refraktometar (Slika 10.) sastoji se od: a) prizme, b) pokrovne pločice prizme, c) kalibracijskog vijka, d) regulatora fokusa i e) okulara. Radi na principu fizikalnog zakona loma (refrakcije) svjetla gdje se prelaskom svjetla iz jedne prozirne tvari u drugu, svjetlost lomi pod određenim kutom i to na graničnoj ravnini gdje se dvije tvari dodiruju. Kut se zove indeks loma svjetlosti i uz standardne uvjete temperature i gustoće tvari on je konstantan i mjeri se u stupnjevima (kutnim). Ta je fizikalna pojava iskorištena za optičko određivanje specifične težine, a iz čega proizlaze i ostale vrijednosti mjerenja.

## VJEŽBA 4.

## 3.4. Određivanje pH vrijednosti metodom zasnovanoj na kiselo-lužnatim reakcijama

## Princip i primjena

Acidimetrija je volumetrijska metoda koja se temelji na međusobnoj ekvimolarnoj reakciji ispitivane otopine kiseline i standardne otopine baze (otopine poznate koncentracije), pri čemu dolazi do neutralizacije  $H^+$  iona kiselina ispitivane tekućine i  $OH^-$  iona standardne lužine određenog molariteta. Za određivanje završne točke titracije potrebni su određeni indikatori. Ključan pojam acidimetrije je pH vrijednost i ona je mjera kiselosti otopine. Definirana je kao negativni logaritam množinske koncentracije vodikovih (oksonijevih) iona.

$$pH = -\log [H^+]$$

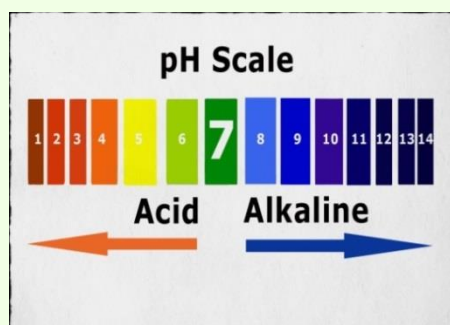
U čistoj vodi koncentracija obaju iona, odnosno oksonijevih i hidroksilnih, je jednaka i iznosi  $1,0 \cdot 10^{-7} \text{ mol dm}^{-3}$ , što znači da je takva otopina neutralna, pH takve otopine iznosi 7,0. U kiselim otopinama koncentracije vodikovih (oksonijevih) iona su veće od  $1,0 \cdot 10^{-7} \text{ mol dm}^{-3}$ , znači da je pH vrijednost takve otopine manja od 7 ( $pH < 7$ ). U bazičnim (lužnatim) otopinama koncentracija vodikovih iona je manja od koncentracije hidroksilnih iona te je pH veći od 7 ( $pH > 7$ ).

## Indikatori

Indikatori su tvari koje promjenom boje dokazuju prisutnost neke druge tvari.

Indikatori su prirodne tvari ili njihove otopine koje na uočljiv način stupaju u određenu kemijsku reakciju, omogućujući time praćenje toka reakcije, odnosno određivanje njezina završetka. Postoji nekoliko vrsta indikatora od kojih se najviše upotrebljavaju **lakmus-papir**, **metil-oranž**, **fenolftalein** i **metilno-crvenilo**.

**Lakmus-papir** je vrsta indikatorskog papira koja se upotrebljava kao kiselo-bazni indikator, u kiselom je plavi lakmus-papir crven, a u bazičnome je crveni lakmus-papir plav.



Slika 12. pH skala - raspon pH vrijednosti (Lakmus-papir)



Slika 13. Univerzalni indikatorski papir

**Metil oranž** je pH indikator, koji se često upotrebljava kod titracija. Pogodan je za upotrebu zbog jasne promjene boje. Interval promjene boje ovog indikatora je u intervalu pH neutralizacije za srednje jake kiseline pa se često koristi za titracije kiselina. Kako se kiselost rastvora smanjuje, promjena boje ovog indikatora se mijenja od crvene preko narančaste do žute.

Metil oranž je kiselo-bazni indikator, u kiselom je crven, u bazičnom žut.



Slika 14. Metiloranž- crven u kiseljoj otopini



Slika 15. Fenolftalein - ljubičast u lužnatoj otopini

Fenolftalein (fenol + ftalein), bijeli kristalni prah netopljiv u vodi. Dobiva se zagrijavanjem ftalnog anhidrida i fenola u prisutnosti sumporne kiseline. Upotrebljava se kao kiselinsko-bazni indikator, najviše u obliku 1%-tne alkoholne otopine, prilikom titracije sa slabim kiselinama i jakim bazama; s lužinama (iznad pH 9,6) daje intenzivno crveno- ljubičasto obojenje, bezbojan je u neutralnom i kiselom mediju (ispod pH 8).

### Aparatura i pribor

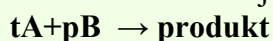
- Čaša ili Erlenmeyer tikvica,
- Bireta,
- Indikator.

### Postupak

Za titraciju uzeti vrlo precizni volumen analita u čašu ili Erlenmeyer tikvicu s dodatkom male količine indikatora (kao indikator fenolftalein). Posuda se postavlja ispod kalibrirane birete koja sadrži titrant točno određene koncentracije. Dokapavati mali volumen titranta analitu sve do promjene boje indikatora u reakciji na pragu titracijskog zasićenja, odražavajući dolazak do završne točke titracije. Kad se postigne krajnja točka reakcije, volumen titranta izmjeriti i koristiti za izračunavanje koncentracije analita prema navedenoj jednadžbi.

### Izračun

U točki ekvivalencije:



$$p \times n_A = t \times n_B$$

$$p(C_A \times V_A) = t(C_B \times V_B), C_A = ?$$

$C_A$  : nepoznata koncentracija otopine u mol l<sup>-1</sup>

$V_A$  : volumen analita u litrama (l)

$C_B$  : koncentracija poznate otopine - titranta u mol l<sup>-1</sup>

$V_B$  : volumen titrant upotrijebljenog u litrama (l)

p i t : stehiometrijski koeficijenti

### NAPOMENA

Stehiometrijski koeficijent je broj koji se nalazi ispred formule svakog spoja u jednadžbi kemijske reakcije. Ako ne piše nijedan broj ispred formule, stehiometrijski koeficijent je 1. Prema konvenciji negativan je za reaktante a pozitivan za produkte.

### 3.4.1. Princip određivanja pH vrijednosti pomoću instrumenta

#### Princip i primjena

Ova se metoda temelji na mjerenju pH vrijednosti pomoću instrumenta (pH-metar (Slika 16.)), tako da se uranjanjem kombinirane elektrode u homogenizirani uzorak direktno na instrumentu očita vrijednost.

Primjenjuje se svuda gdje je potrebno izmjeriti kiselost – u laboratorijima, industrijskim pogonima, primarnoj proizvodnji.

#### Aparatura i pribor

- Čaša volumena 25 ml,
- Magnet za miješanje (Slika 16.),
- Magnetska miješalica (Slika 16.),
- pH-metar (Slika 16.),
- Analitička vaga (Slika 26.).



Slika 16. pH metar s magnetnom miješalicom

#### Postupak

Elektrode uroniti u ispitivanu količinu uzorka i podesiti sistem za korekciju temperature pH-metra na temperaturu mjerenja. Ako ne postoji sistem za korekciju temperature, temperatura ispitivane količine uzorka dovodi se na 20°C. Daljnje se mjerenje obavlja prema uputi pH metra koji se upotrebljava. Vrijednost pH se očitava izravno na ljestvici instrumenta s točnošću od 0,03 pH jedinice do konstantne vrijednosti. Na istome ispitivnom uzorku obaviti najmanje dva ispitivanja.

#### NAPOMENA

##### Baždarenje pH-metra

Za baždarenje pH-metra upotrebljava se puferna otopina poznatog pH na određenoj temperaturi i, po mogućnosti, približne vrijednosti pH onoj otopini koja se određuje. Ako pH-metar nema uređaj za korekciju temperature, temperatura puferne otopine mora biti podešena na 20°C.

**VJEŽBA 5.****3.5. Određivanje gustoće areometrom****Princip i primjena**

Areometrija se kao analitički postupak temelji na poznatom fizikalnom zakonu prema kojem neko tijelo koje slobodno pliva u nekoj tekućini ili otopini tone, ovisno o gustoći te otopine. Analitički postupak pri tome se svodi na utvrđivanje numeričkog odnosa gustoće tekućine ili otopine prema gustoći vode na istoj temperaturi.

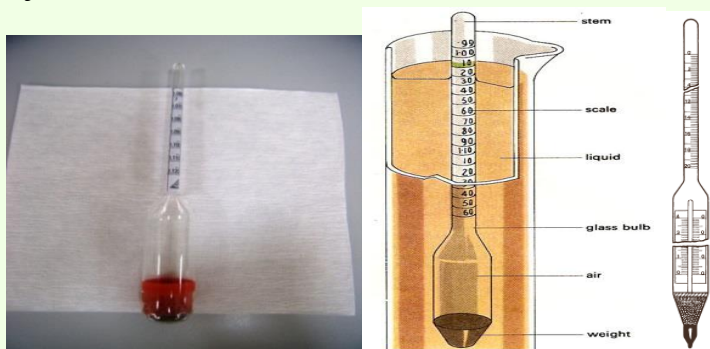
**Aparatura i pribor**

- Areometar (Slika 17.),
- Menzura od 250 ml.

Areometri su po svojoj konstrukciji šuplje, na oba kraja zatvorene (zataljene) staklene cijevi, u svojim pojedinim dijelovima različite širine, duljine i oblika (Slika 17.).

Na areometru se razlikuje:

- donji, konično prošireni dio cijevi u kojem se nalaze olovne kuglice ili živa, a funkcija mu je da regulira do koje će dubine areometar tonuti te da areometar drži u uspravnom položaju,
- srednji, prošireni, od donjeg dijela jednim suženjem odvojeni dio, koji se naziva tijelom areometra i u kojem može biti ugrađen termometar,
- gornji, usko izvučeni i produljeni dio, koji se naziva vrat areometra i u koji je ugrađena skala za očitavanje te oznaka konstrukcijskog tipa i temperatura baždarenja.



**Slika 17.** Areometar - uređaj za mjerenje gustoće tekućina

Prema gustoći ispitivane otopine određuje se položaj 0 (nule) na skali. Kod areometara namijenjenih ispitivanju otopina specifički težih od vode, 0 (nula) se mora nalaziti na gornjem, a kod onih namijenjenih ispitivanju otopina specifički lakših od vode, na donjem dijelu skale. S obzirom na tip konstrukcije i svrhu upotrebe postoji nekoliko vrsta areometara od kojih ćemo upotrebljavati sljedeće:

**Brix ili Brixov saharimetar**

Baždaren je prema otopini čiste saharoze, tako da je uronjen, primjerice u 30%-tnu šećernu otopinu na temperaturi od 17,5°C. Razdjelci podjele skale odgovaraju Brixovim

stupnjevima (°Brix) ili, ukratko, Brixu. Jedan stupanj Brixu (°Brix) odgovara jednom gramu saharoze (1 g) u 100 grama otopine i na taj način predstavlja snagu otopine izraženu kao postotak mase (%w/w) (Tablica 2.).

#### **Balling ili Ballingov saharimetar**

Baždaren je na isti način kao Brixov, s tom razlikom što mu je baždarna temperatura 20°C. Razdjelci podjele skale odgovaraju Ballingovim stupnjevima (°B<sub>lg</sub>) ili, ukratko, Ballingu čija je definicija ista kao i za Brixove stupnjeve.

#### **Bome ili Bomeov areometar**

Baždaren je prema otopini natrijevog klorida i samo po tome se razlikuje od Ballinga. Razdjelci podjele skale odgovaraju stupnjevima Bomea (Be°) ili, ukratko, Bomeu. Jedan stupanj Bomea (Be°) odgovara jednom gramu natrijevog klorida (1 g) u 100 grama otopine i na taj način predstavlja snagu otopine izraženu kao postotak mase (%w/w).

**Tablica 2.** Preračunavanje stupnjeva po Brixu

stupnjevi Brix-a	g/l šećera	kg/l (specifična težina)	stupnjevi Baume-a (Bé)
6	61,1	1,019	3,35
8	82,6	1,028	4,46
10	106,1	1,036	5,57
12	125,8	1,043	6,68
14	147,3	1,053	7,79
38	443,0	1,163	20,89
40	470,0	1,174	21,97
42	498	1,185	23,04
44	526	1,194	24,10
46	553	1,203	25,17
64	838	1,308	34,53
66	872	1,320	35,55
68	906	1,332	36,53
70	941	1,344	37,36

#### **NAPOMENA**

Skala za očitavanje baždarena je, a prema destiliranoj vodi određena je 0 (nula) na skali za očitavanje. Skala mora biti baždarena na određenoj temperaturi, koja onda na skali mora biti i označena. Sva daljnja ispitivanja moraju se provoditi pri temperaturi na kojoj je skala baždarena.

#### **Postupak**

Otpipetirati 250 ml uzorka i kvantitativno prenijeti u menzuru od 250 ml. Instrument uroniti u uzorak tekućine, postaviti u sredinu (kako bi se izbjegao lom svjetlosti) i na skali očitati vrijednost gustoće. Očitavanja ponoviti najmanje tri puta.

Formula za izračun gustoće:

$$\rho = \frac{m}{V} \text{ (kg/m}^3\text{)}$$

#### NAPOMENA

Za više različitih uzoraka koristi se komplet areometara jer je svaki areometar zasebno baždaren.

#### Dobro je znati!

Uobičajeno se uzima da je gustoća vode 1000kg/m<sup>3</sup>, međutim, stvarna gustoća varira ovisno o temperaturi:

**Tablica 3.** Gustoća vode na različitim temperaturama

Temperatura (°C)	Gustoća vode (kg/m <sup>3</sup> )
4	999,97
10	999,7
20	998,2
25	997,05
30	995,65
40	992,2
60	983,2

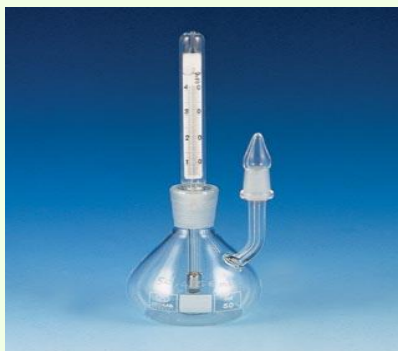
### 3.5.1. Određivanje gustoće piknometrom

#### Princip i primjena

Gustoća je naziv za fizikalnu veličinu težine po jedinici volumena (omjer mase i volumena, kg/m<sup>3</sup>). Gustoća i relativna gustoća sokova i drugih proizvoda od voća ili povrća ili voćnih vina, jednako kao i gustoća vode s kojom se uspoređuje, mijenja se ovisno o temperaturi i o tlaku zraka (koji varira ovisno o mjestu gdje se mjerenje obavlja i o sadržaju vodene pare u zraku), pa je prilikom iskazivanja gustoće obavezno navesti kod koje je temperature mjerenja obavljeno. Ova se metoda koristi za određivanje gustoće tekućina onda kada na raspolaganju imamo male količine tekućine.

## Aparatura i pribor

- Piknometar (Slika 18.).



Slika 18. Piknometar

**Piknometar** se koristi za određivanje relativne gustoće različitih tekućina. Metoda se temelji na mjerenju razlike u težini suhog piknometra i piknometra ispunjenog tekućinom koja se ispituje, te određivanjem gustoće tekućine iz poznatog volumena i povećanja u težini.

### Postupak

- Postaviti i poravnati vagu na tvrdoj i ravnoj radnoj podlozi,
- Provjeriti je li piknometar suh, zatvoriti ga regulatorom, izvagati piknometar i zabilježiti masu ( $m_p$ ),
- Ispuniti piknometar tekućinom, neka svi mjehurići izađu, postaviti regulator, obrisati piknometar te ga izvagati i zapisati masu ( $m_{p+T}$ ),
- Nakon uporabe pažljivo isprazniti tekućinu te obrisati piknometar.

Otopinom uzorka napuni se piknometar od 50 ml do vrha i stavi u vodenu kupelj na temperaturu od 15°C. Nakon 20 minuta odstrani se kapaljkom višak tekućine iznad oznake i unutarnja stijenka piknometra iznad oznake posuši filter-papirom, a zatim se piknometar izvadi iz kupelji i izvana osuši. Nakon desetominutnog stajanja na sobnoj temperaturi piknometar se izvaži na analitičkoj vagi. Gustoća se dobije dijeljenjem mase analizirane otopine s masom vode, pri 15°C.

### Izračun

Da bi se odredila gustoća mora se izvagati prazan piknometar ( $m_1$ ) i piknometar napunjen tekućinom ( $m_2$ ), a zatim izračunati po formuli (gustoća je omjer mase i volumena). Uzima se da je volumen tekućine jednak volumenu piknometra.

Tara praznog piknometra =  $P - m$

gdje je  $m$  masa zraka u piknometru.

$$m = 0,0012 \times (P_1 - P)$$

#### NAPOMENA

0,0012 je gustoća suhog zraka na 20°C kod tlaka od 760 mmHg.



**VJEŽBA 6.****3.6. Određivanje ukupne suhe tvari sušenjem na 105°C****Princip i primjena**

Ukupnu suhu tvar čini cjelokupna količina tvari iz sastava proizvoda koja ne isparava pod definiranim uvjetima. Metoda se primjenjuje za određivanje ukupne suhe tvari u proizvodima od voća i povrća.

**Aparatura i pribor**

Osim uobičajene laboratorijske opreme upotrebljava se:

- Laboratorijski sušionik,
- Eksikator sa sredstvom za sušenje (Slika 19.),
- Aluminijske posude ili posude od nehrđajućeg čelika ili staklene cilindrične posude s ravnim dnom- promjera 60 mm, dubine 25mm s poklopcem kojim se posuda hermetički zatvara, a koji se lako skida,
- Analitička vaga (Slika 27.),
- Pijesak koji se upotrebljava za guste proizvode i koji se treba tretirati s 5%-tnom solnom kiselinom, ispran od ostatka HCl-a, osušen i prosijan kroz sito, tako da čestice budu veličine od 100nm do 400nm, a nakon toga užaren.



**Slika 19.** Eksikator (ne skroz zatvoriti)

**Postupak**

Ovisno o sastavu proizvoda za određivanje se ukupne suhe tvari primjenjuju tri postupka:

- Sušenje na 105°C - za sve proizvode od voća i povrća, osim za proizvode s velikom količinom šećera, odnosno eteričnih ulja.
- Sušenje u vakuumu - za proizvode čiji se sastav mijenja dugim sušenjem te za proizvode u kojima udio vode iznosi najmanje 10%.
- Destilacija (rekuperacija) - za proizvode sa znatno sniženom količinom vode i velikom količinom hlapljivih sastojaka, te za proizvode u kojima je ukupna količina vode manja od 10% (sušeno voće i povrće te praškasti proizvodi od voća i povrća).

Ovim se postupkom određuje ostatak nakon sušenja na 105°C do konstantne mase.

U suhu i izvaganu posudicu za sušenje s poklopcem stavi se oko 5 g kvarcnog pijeska i stakleni štapić. U izvaganu posudicu s kvarcnim pijeskom stavi se oko 2,5 g - **5 g**. pripremljenog uzorka, koji se dobro izmiješa staklenim štapićem i sve zajedno izvaže.

Posudica u kojoj se nalazi kvarcni pijesak i ispitivana količina uzorka stavi se u laboratorijski sušionik zagrijan na  $105 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$  te se zagrijava jedan sat sa skinutim poklopcem. Nakon hlađenja u eksikatoru i vaganja, sušenje se nastavlja sve dok razlika nakon dva uzastopna sušenja u razmaku od pola sata ne bude manja od 0,001 g.

Na istom ispitnom uzorku obave se najmanje dva određivanja.

### Izračun

$$\text{SUHA TVAR (\%)} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

Gdje je:

$m_0$  (g) - masa posudice i pomoćnog materijala (kvarcni pijesak, stakleni štapić, poklopac)

$m_1$  (g) - masa posudice s ispitivanim uzorkom prije sušenja

$m_2$  (g) - masa posudice s ostatkom nakon sušenja

## VJEŽBA 7.

### 3.7. Određivanje mineralnih nečistoća

#### Princip i primjena

Ova se metoda temelji na određivanju organskih primjesa dobivanih ispiranjem i taloženjem, te na spaljivanju na 600°C, a zatim na mjerenju dobivenog ostatka. Metoda se primjenjuje za određivanje mineralnih nečistoća u proizvodima od voća i povrća.

#### Aparatura i pribor

Osim uobičajene laboratorijske opreme upotrebljava se:

- Peć za spaljivanje s uređajem za regulaciju temperature 600°C (Slika 24.),
- Analitička vaga (Slika 27.),
- Homogenizator,
- Eksikator sa sredstvom za sušenje (Slika 19.),
- Čaša (obujma 250ml, 800ml ili 2000ml),
- Kvarcna porculanska ili platinska posuda za spaljivanje,
- Filter-papir koji izgara bez pepela,
- Stakleni štapić,
- Lijevak,
- Bunsenov plamenik.

#### Postupak odvajanja nečistoća

Pripremljena količina ispitnog uzorka od oko 5 g. prenese se u čašu obujma 2000 ml, čaša se dopuni vodom i sadržaj izmiješa staklenim štapićem. Ostavi se 10 minuta i dekantira u drugu čašu obujma 2000 ml tako da talog ostane na dnu čaše. Ponovno se napuni prva čaša vodom, izmiješa i ostavi da stoji 10 minuta.



**Slika 20.** Postupak odvajanja nečistoća-taloženje

Potom se sadržaj iz druge čaše dekantira u treću čašu obujma 2000 ml tako da talog opet ostane na dnu čaše i nakon 10 minuta stajanja, sadržaj treće čaše dekantira se u slivnik (Slika 20.). Isti se postupak ponavlja tako što se sadržaj prve čaše dekantira u drugu čašu, čaša dopuni vodom i sadržaj nakon 10 minuta stajanja dekantira u treću čašu, a iz nje se dekantira u slivnik. Operacija

se ponavlja sve dok se iz ispitnog uzorka ne izluči cjelokupna pulpa. Tada se ostatak iz prve i druge čaše prenese u treću čašu (Slika 21.).



Slika 21. Postupak odvajanja nečistoća- 2. korak

Sjemenke i voćna pulpa koje mogu biti nataložene zajedno s ostatkom eliminiraju se tretiranjem vrelom otopinom NaCl, koji se zatim odstrani ispiranjem vrućom vodom. Provjera odsutnosti klornih iona utvrđuje se pomoću otopine srebrna nitrata.

Ostatak se kvantitativno prenese preko lijevka s kvantitativnim filter-papirom - (plava vrpca), dobro ispere vodom i zajedno s filter-papirom unese u posudu za spaljivanje koja je prije toga izžarena i tarirana.



Slika 22. Postupak dekantiranja, zatim filtriranja.

**Dobro je znati!**



#### PLAVA VRPCA

(Kvantitativni papir za filtriranje od čiste je celuloze obrađene kloridnom i fluoridnom kiselinom. Takav papir izgara praktički bez ostatka (manje od 0.0001 g pepela). Vrsta papira označena je brojevima: kvalitativni nosi oznake 595 ili 597 a kvantitativni 589 ili 590. Ovisno o karakteru taloga upotrebljavaju se različite vrste kvantitativnog papira za filtriranje:

**crna vrpca** (5891) - 100 ml tekućine proteče za 20 s do 30 s. Upotrebljava se za filtriranje želatinoznih taloga

**bijela vrpca** (5892) - 100 ml tekućine proteče za 40 s do 60 s. Upotrebljava se za filtriranje krupnozrnastih kristaliničkih taloga

**plava vrpca** (5893) - 100 ml tekućine proteče za 200 s do 400 s. Upotrebljava se za filtriranje finokristaliničkih taloga.

vidi: <http://glossary.periodni.com/glosar.php?hr=filtar+papir>

**Spaljivanje** - posuda za spaljivanje, zajedno s filter papirnim ostatkom, zagrijava se na slabom plamenu desetak minuta dok se filter papir potpuno ne spali, (Slika 23.),



**Slika 23.** Zagrijavanje posude za spaljivanje s filter-papirom

a zatim spaljuje u peći za spaljivanje na 600°C približno jedan sat ili duže (Slika 25.).



**Slika 24.** Peć za spaljivanje



**Slika 25.** Spaljivanje u peći na 600°C

### Izračun

Posuda za spaljivanje se nakon postupka spaljivanja hladi u eksikatoru (Slika 19.) i važe analitičkom vagom, s točnošću od 0,0002g (Slika 26.).



**Slika 26.** Analitička vaga s točnošću od 0,0002g

Na istome ispitnom uzorku obave se najmanje dva određivanja.

### NAPOMENA

Na početku vježbe potrebno je početi zagrijavati peć za spaljivanje s uređajem za regulaciju temperature, na 600°C kako bi se na vrijeme peć zagrijala na radnu temperaturu.

## VJEŽBA 8.

### 3.8. Određivanje pepela netopljiva u solnoj kiselini (HCl)

#### Princip i primjena

Ova se metoda temelji na postupku spaljivanja uzorka na 525°C i na odvajanju mineralnih nečistoća koje su netopljive u razblaženoj otopini solne kiseline. Metoda se primjenjuje za određivanje količine **silicijevih spojeva** koji potječu iz tla i onih što se nalaze u proizvodima od voća i povrća. Klorovodična kiselina (solna kiselina, HCl) je vodena otopina klorovodika koju u svakodnevnom životu nazivamo i solna kiselina jer se može dobiti reakcijom iz kuhinjske soli (NaCl) i koncentrirane sumporne kiseline, pri čemu nastaje plin klorovodik. U slobodnoj prodaji je pri koncentraciji od 19 do 21%.

#### Aparatura i pribor

- Peć za spaljivanje s uređajem za regulaciju temperature na 525°C (Slika 24.),
- Analitička vaga (Slika 26.),
- Vodena kupelj,
- Sušionik s automatskom regulacijom temperature na 103°C (Slika 27.),
- Eksikator sa sredstvom za sušenje (Slika 19.),
- Kvarcna ili platinska posuda za spaljivanje uzoraka,
- Kvantitativni filter- papir koji izgara bez pepela.



Slika 27. Sušionik s automatskom regulacijom temperature na 103°C

#### Postupak

Posuda za spaljivanje s odvagom količinom uzoraka od oko 5 g. stavi se u kipuću vodenu kupelj da ispari voda, a zatim u sušionik na 103°C (Slika 27.). Sušenje nije potrebno kad je riječ o sušenim proizvodima. Posuda se potom unese u peć za spaljivanje (Slika 24.). Spaljivanje se obavlja na temperaturi od 525°C. Pepeo mora biti bijel. Posuda se izvadi, ohladi u eksikatoru i u nju se doda od 10 ml do 25 ml otopine solne kiseline.

Posuda se zatim prekrije satnim staklom i zagrijava se cca. 15 minuta u toploj kupelji. Potom se sadržaj posude prelije preko filter -papira koji se postavlja preko lijevka za filtriranje. Posuda se ispere s destiliranom vodom, koja se također prelije preko filter -papira. Postupak se ponavlja sve dok se iz otopine koja istječe iz lijevka ne odstrane svi tragovi klornih iona, a pokus se kontrolira otopinom srebrna nitrata. Filter-papir, s talogom, stavlja se ponovno u izžarenu i

izvaganu posudu za spaljivanje, koja se zatim suši na temperaturi od 103°C (Slika 27.). Potom se unosi u peć za spaljivanje i spaljuje se **30 minuta** na temperaturi od **525°C** (Slika 24.). Nakon što se ohladi u eksikatoru (Slika 28.), posuda sa pepelom se važe sa točnošću od 0,0002g (Slika 26.).



**Slika 28.** Postupak hlađenja u eksikatoru

Na istome ispitnom uzorku obavljaju se najmanje dva određivanja.

### NAPOMENA

Na početku vježbe potrebno je započeti sa zagrijavanjem peći za spaljivanje s uređajem za regulaciju temperature na 525°C kako bi se na vrijeme peć zagrijala na radnu temperaturu.

Ako je peć užarena, ne smijemo hladan lončić odmah staviti u peć već ga prethodno moramo zagrijati. Nakon žarenja lončić se izvadi iz peći. Užareni lončić se nikad direktno ne stavlja u eksikator, nego na metalnu ploču pored peći da se ohladi. Tako vrući lončić stavi se u eksikator i hladi na sobnoj temperaturi.

### Izračun

Količina pepela netopljiva u solnoj kiselini izražava se u postotcima po masi:

$$\text{Postotak pepela netopljiva u HCl} = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_0 - m_1)} \times 100.$$

gdje je:

$m_0$  – masa uzorka i posude za spaljivanje u g.

$m_1$  – masa posude za spaljivanje u g.

$m_2$  – masa posude za spaljivanje i pepela u g.

Za rezultat se uzima srednja vrijednost dvaju određivanja ako je udovoljeno zahtjevima u pogledu ponovljivosti. Rezultat se daje na dvije decimale.

### Ponovljivost

Razlika između rezultata dvaju određivanja, koja istovremeno ili ubrzo jedno za drugim obavi isti analitičar, prema članu 7., stavku 2. Pravilnika, ne smije biti veća od 0,01 g pepela netopljiva u solnoj kiselini za 100 g uzorka.

**VJEŽBA 9.****3.9. Određivanje direktno reducirajućih i ukupnih šećera Luffovom otopinom****Princip i primjena**

Ova se metoda temelji na načelu da u određenim uvjetima reducirajuće šećere (prirodni invert) prevode kupri sulfat ( $\text{CuSO}_4$ ) iz Luffove otopine u bakreni oksidul ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ). Neutrošena količina kupriiona retitrira se otopinom tiosulfata. Iz razlike utroška za slijepi pokus i pokus očita se količina šećera iz **Tablice 3**.

Nereducirajući disaharid (saharoza) mora se najprije invertirati odnosno hidrolizirati na reducirajuće monosaharide pomoću kiseline, a zatim se određuje pomoću Luffove otopine.

Tako se dobiva podatak o ukupnoj količini šećera u ispitivanom uzorku (ukupni invert). Razlika između dobivenoga ukupnog inverta i prirodnog inverta daje količinu reducirajućih šećera nastalih inverzijom saharoze.

**Aparatura i pribor**

Osim uobičajene laboratorijske opreme ~~upotrebljavaju se~~: upotrebljava se:

- Pipeta od 10 ml i od 25 ml,
- Tikvica po Erlenmeyeru od 300 ml,
- Odmjerna tikvica (od 100 ml, 200 ml, 250 ml i od 500 ml),
- Čaša 400 ml,
- Tikvica s okruglim dnom.

**Reagensi****Luffov reagens**

- Otopina bakrenog sulfata: otopi se 25g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  u 100ml vode,
- Otopina limunske kiseline: otopi se 50g  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$  u 50ml vode,
- Otopina natrijeva karbonata: otopi se 143g bezvodnog  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  u približno 300 ml tople vode i ohladi.

**Priprema Luffovog reagensa**

U odmjerenju tikvicu od 1000 ml unese se otopina natrijeva karbonata i, uz oprezno miješanje, doda otopina limunske kiseline. Miješa se do nestanka ugljičnog dioksida, a zatim se doda otopina bakrena sulfata i dopuni do jedne litre. Ostavi se, ako je potrebno, preko noći pa se filtrira. Kontrolira se molaritet:

$$c[\text{Cu}] = 0,1 \text{ mol/l}; d[1/2 \text{ Na}_2\text{CO}_3] = 2 \text{ mol/l};$$

- Otopina natrijeva tiosulfata  $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ ,
- Otopina škroba: u litru kipuće vode doda se 5g topljiva škroba izmješanog s 30 ml vode, kuha se 3 minute, ohladi i eventualno doda 10mg merkurijskijodida kao konzervansa,
- Sumporna kiselina  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ mol/l}$ ,
- Otopina kalijeva jodida, 30% (m/V),
- Plovućac iskuhan u solnoj kiselini ispran i osušen,



- Izopental (nije prijeko potreban),
- Natrijev hidroksid,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ ,
- Solna kiselina,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ ,
- 1% otopina fenolftaleina u etanolu,
- Otopina Carrez I.: otopi se 21,95g cinkovaacetata ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ ) ili 24g cinkova acetata ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \times 3\text{H}_2\text{O}$ ) i 3g glacijalne octene kiseline doda se voda do 100 ml,
- Otopina Carrez II.: otopi se 10,6 g kalijeva heksacijanoferata ( $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \times 3\text{H}_2\text{O}$ ) i doda voda do 100ml,
- Solna kiselina, koncentrirana  $\rho(20^\circ\text{C}) = 1,19 \text{ g/cm}$ ,
- Otopina natrijeva hidroksida,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ .

### Priprema uzorka

Laboratorijski se uzorak od oko 10 g pažljivo izmiješa i profiltrira preko vate ili filter -papira.

### Količina ispitivanog uzorka

Odvažuje se **5 g** pripremljenog uzorka, s točnošću od 0,001g u čaši od 400 ml i doda 200 ml vode. Ako je potrebno, balastne se tvari odstrane dodatkom 5 ml otopine **Carrez I.** i 5 ml otopine **Carrez II.** Nakon svakoga dodavanja, sadržaj se dobro promiješa. Cjelokupna se količina kvantitativno prenese u odmjerenu tikvicu obujma 250 ml, tikvica se dopuni do oznake i njezin se sadržaj promiješa i filtrira. **To je filtrat I.**

#### a. Određivanje prirodnog inverta

##### Postupak

U odmjernu tikvicu obujma 100 ml otpipetira se 25 ml **filtrata I** i tikvica se napuni vodom do oznake. U tikvicu po Erlenmeyeru obujma 300 ml otpipetira se 25 ml Luffove otopine, doda se 25 ml razrijeđenog filtrata (treba sadržavati od 15 mg do 60 mg šećera ) te se doda plovuac ili škrob. Tikvica po Erlenmeyeru zagrijava se izravno na plameniku, do vrenja koje treba početi nakon 2 minute. Vrenje se zatim nastavlja na azbestnoj mrežici s okruglim otvorom promjera od 6 cm do 7 cm, smjesa se prelije u tikvicu s okruglim dnom, a tikvica s okruglim dnom se spoji s povratnim hladionikom ( Slika 29).

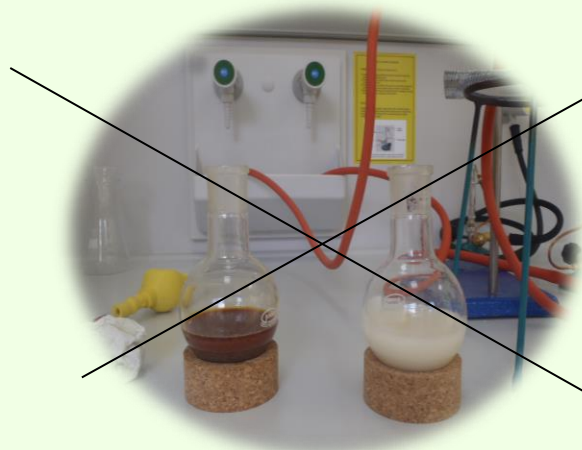


**Slika 29.** Aparatura za određivanje prirodnog inverta

Od trenutka vrenja kuha se točno 10 minuta nakon čega se sadržaj tikvice hladi pod vodenim mlazom, a nakon 5 minuta doda se 10 ml otopine kalijeva jodida i postupno 25 ml 6 mol/l otopine sumporne kiseline. Otopina sumporne kiseline **odaje se vrlo oprezno**, zbog mogućnosti stvaranja pjene, a zatim se titrira 0,1 mol/l otopinom natrijeva tiosulfata, uz neprestano miješanje, sve dok boja ne postane **mutno žuta** (Slika 30.).



**Slika 30.** Boja nakon titracije s 0,1 mol/l otopinom natrijevotiosulfata



**NE**  
**Slika 31.** Pretitrirani uzorak

Tome se doda nekoliko mililitara škrobne otopine (Slika 32.) i nastavi se titriranje sa natrijevim tiosulfatom, kap po kap, do potpunog nestanka **plave boje**.



**Slika 32.** Dodano nekoliko mililitara škrobne otopine (nestanak plave boje)

## Slijepa proba

U istim se uvjetima mora obaviti i slijepi pokus (Slika 33.), tj. slijepa proba s istom količinom Luffova reagensa, samo što se umjesto razrijeđenog filtrata dodaje 25 ml destilirane vode.



Slika 33. Slijepa proba

### NAPOMENA

Slijepa proba je postupak određivanja koji slijedi sve korake analize, ali u odsutnosti uzorka. Koristi se za detekciju i kompenzaciju sustavnih pogrešaka u analizi.

### Izračunavanje prirodnog inverta

Za postupak je uzeto 5 g uzorka, a razrijeđeno je ovako:

- 5 g razrijeđeno je do 250 ml,
- 25 ml razrijeđeno je do 100 ml.

Ako je za titraciju pri slijepom pokusu ( $S_p$ ) utrošeno 24,9 ml 0,1 mol/l otopine  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , a za titraciju pri pokusu (P) 20,9 ml iste otopine  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , izračuna se razlika ( $S_p - P$ ) = 4,0 ml, što odgovara vrijednosti od 9,7 mg prirodnog inverta očitnog iz **Tablice 3**.

$$250 \cdot 100 \cdot 9,7 \cdot 100$$

$$\text{Postotak prirodnog inverta} = \frac{\quad}{5 \cdot 25 \cdot 25 \cdot 1000} = 7,76\%.$$

$$5 \cdot 25 \cdot 25 \cdot 1000$$

### NAPOMENA

Samo se proizvodi sa stopostotnim voćnim udjelom smiju nazivati voćnim sokom, a različita bezalkoholna pića pogrešno se nazivaju sokovima. Ima pića s voćnim okusima koja se proizvode od vode, šećera (ili umjetnih sladila), kiseline (npr. limunske), arome i bojila u kojima su dopušteni i konzervansi. No, ti se proizvodi nikako ne smiju nazivati voćnim sokovima.

Stopostotnim voćnim sokovima bliska kategorija su nektari koji sadrže između 25 i 50% udjela voća. Nektarima se, za razliku od voćnih sokova, može dodavati šećer (fruktoza, glukoza ili saharoza), regulatori kiselosti poput limunske kiseline i slično. I voćni sokovi i nektari mogu se raditi od koncentriranog voćnog soka, a ostale kategorije čine bezalkoholna pića s manjim udjelom voća.

**b. Određivanje ukupnog inverta****Postupak**

U odmjernu tikvicu obujma 100 ml otpipetirati 10 ml **filtrata I** i razrijediti sa približno 30 ml destilirane vode, te dodati 0,5 ml koncentrirane HCl. Odmjernu tikvicu sa sadržajem staviti u kipuću vodenu kupelj da invertira 30 minuta, ohladiti pod mlazom hladne vode, a zatim neutralizirati sa 1 mol/l otopinom NaOH (Slika 35.), (u tikvicu staviti Litmus peper blue) (Slika 34.), provjeriti pH i tikvicu dopuniti vodom do oznake. **To je filtrat II.**



Slika 34. Litmus peper blue



Slika 35. Neutralizacija s 1 mol/l otopinom NaOH

**Daljnji postupak za određivanje ukupnog inverta isti je kao postupak određivanja prirodnog inverta.**



Slika 36. Razgradnja na jednostavnije šećere

### Izračunavanje ukupnog inverta

U postupku je odvagano 5 g uzorka, a razrijeđeno je ovako: 5 g razrijeđeno je do 250 ml, od toga je otpipetirano 10 ml i razrijeđeno do 100 ml. Za konačni postupak otpipetirano je 25 ml. Za titraciju pri slijepom pokusu (Sp) utrošeno je 24,9 ml 0,1 mol/l otopine Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a za titraciju pri pokusu (P) utrošeno je 9,9 ml iste otopine, tako da je razlika (Sp – P) = 15 ml, što odgovara vrijednosti od 38,5 mg ukupnog inverta očitano iz Tablice 4.

$$\text{Postotak ukupnog inverta} = \frac{250 \cdot 100 \cdot 38,5 \cdot 100}{5 \cdot 10 \cdot 25 \cdot 1000} = 77,0\%.$$

### Izračunavanje postotka saharoze

Postotak saharoze izračunava se prema formuli

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

gdje je:

a = % prirodnog inverta

b = % ukupnog inverta

### Ponovljivost

Razlika između rezultata dvaju određivanja, koja istovremeno ili ubrzo jedno za drugim obavi isti analitičar, ne smije premašiti 0,5% relativne vrijednosti.

### NAPOMENA

Posebno se mora voditi računa o količini šećera. Na 25 ml Luffove otopine dodaje se 25 ml razrijeđenog filtrata, koji smije sadržati najmanje 15 mg, a najviše 62 mg reducirajućih šećera izraženih kao glukoza. Da bi se spriječilo stvaranje pjene, preporučljivo je prije zakiseljavanja sumpornom kiselinom dodati 1 ml izopentanola, ali nije obvezno.

### Potrebno je znati !

Šećeri mogu biti reducirajući i nereducirajući. Reducirajući šećeri imaju slobodnu aldehidnu skupinu (reducens) ili keto-skupinu koja može izomerizirati u slobodni aldehid. Kod polisaharida razlikujemo reducirajuće i nereducirajuće krajeve lanaca, ovisno o tome može li se prsten monosaharidne jedinice na kraju lanca otvoriti u slobodnu aldehidnu skupinu. Saharoza je primjer nereducirajućeg disaharida. Kod saharoze glikozidna veza spaja dva anomerna ugljika (C<sub>1</sub> glukoze i C<sub>2</sub> fruktoze) te nije moguće otvaranje nijednog od dvaju prstenova.

Tablica 4. Određivanje količine šećera s 25 ml Luffove otopine

Otopina natrijeva tiosulfata c (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) = 0,1 mol/l u ml	Glukoza	Fruktoza ili invertni šećer
	mg	razlika
1	2	3
1	3,4	-
2	4,8	2,4
3	7,2	-
4	9,7	2,5
5	12,7	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,6
12	30,2	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,8
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	2,9
21	56,0	2,9
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

## VJEŽBA 10.

### 3.10. Određivanje L – askorbinske kiseline (vitamina C) u voćnim sokovima jodimetrijskom metodom

#### Princip i primjena

Ova se metoda temelji na oksidaciji L – askorbinske kiseline u L – dehidroaskorbinsku kiselinu pomoću  $I_2$  koji se pri tome reducira u jodidne anione ( $I^-$ ). Metoda se koristi kao brza metoda za određivanje C vitamina u voćnim sokovima.

#### Aparatura i pribor

- Odmjerna tikvica,
- Erlenmeyerova tikvica širokog grla,
- Pipeta od 25 ml i od 10 ml.,
- Bireta.

#### Reagensi

- Standardna otopina  $I_2$ ,
- Tioden indikator ili škrob.

**Uzorci:** voćni sokovi (različite vrste).

#### Postupak

Oko 90 ml voćnog soka staviti u Erlenmeyerovu tikvicu širokog grla i dodati oko 1,5 g oksalne kiseline. Otpipetirani alikvot od 25 ml titrirati sa standardnom otopinom  $I_2$  uz tioden ili škrob kao indikator (uzmeti ga na vrhu špatule). Završna točka titracije određena je suviškom neizreagiranoj joda koji s indikatorom stvara **intezivno plavo** obojeni kompleks (Slika 37-39).



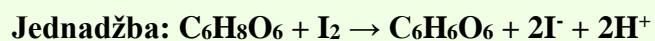
Slika 37., 38. i 39. Završna točka titracije- intezivno plavo obojeni kompleks

## NAPOMENA

Ukoliko je uzorak jako bogat pigmentima neće se titracijom dobiti intenzivno plavo obojenje.



**Slika 40.** Završna točka titracije kod kašastog soka od marelice (nije intenzivno plavo obojeni kompleks)

**Izračun**

Sadržaj vitamina C u voćnom soku izračunava se ovom formulom:

$$n(C_6H_8O_6) : n(I_2) = 1:1$$

$$n(C_6H_8O_6) = n(I_2)$$



### 3.10.1. Potvrдна metoda - Određivanja L – askorbinske kiseline (vitamina C) u voćnim sokovima

#### Princip i primjena

Reagens 2,6-diklorfenolindofenol oksidira L-askorbinsku kiselinu u dehidroksiaskorbinsku kiselinu, dok boja reagensa ne prijeđe u bezbojnu leukobazu, pa služi istovremeno i kao indikator ove redoks reakcije. Ova se metoda primjenjuje za određivanje askorbinske kiseline u proizvodima od voća i povrća.

#### Aparatura i pribor

- Homogenizator,
- Analitička vaga (Slika 26.),
- Odmjerna tikvica volumena 100 ml,
- Čaše volumena 100 ml,
- Bireta 50 ml.

#### Reagens

- 2,6-diklorfenolindofenol.

#### Priprema uzoraka

Na odmjernu tikvicu od 100 ml postavi se lijevak te se preko njega u tikvicu izvaže 10 g uzorka na tehničkoj vagi. Takav se uzorak kvantitativno prenese u tikvicu pomoću 2%-tne otopine oksalne kiseline. Uz povremeno miješanje, nakon jednog sata, odmjerna se tikvica nadopuni do oznake otopinom oksalne kiseline.

#### Postupak

Sadržaj iz odmjerne tikvice se profiltrira, a filtrat služi za određivanje askorbinske kiseline. Otpipetira se 10 ml filtrata koji se titrira otopinom 2,6-diklorfenolindofenola i to do pojave ružičaste boje koja mora biti postojana barem pet sekundi (Slika 41.). Iz volumena 2,6-diklorfenolindofenola utrošenog za titraciju filtrata, izračuna se količina L-askorbinske kiseline (vitamina C) u uzorku, koja se izražava u mg/100g svježe mase.



**Slika 41 .** Titracija s otopinom 2,6-diklorfenolindofenola

**Izračun**

$$\text{VITAMIN C (mg/100g)} = V \times F / D \times 100$$

Gdje je:

- V - ml utrošenog 2,6-diklorfenolindofenola pri titraciji
- F\* - faktor otopine 2,6-diklorfenolindofenola
- D - masa uzorka u filtratu u gramima

**\*Određivanje faktora otopine 2,6-diklorfenolindofenola:**

Za određivanje faktora otopine 2,6-diklorfenolindofenola potrebno je napraviti otopinu askorbinske kiseline koja će se titrirati s otopinom 2,6-diklorfenolindofenola. Prema očitanoj volumenu potrebnog 2,6-diklorfenolindofenola, izračuna se faktor te otopine. U odmjernu tikvicu od 50 ml na analitičkoj vagi odvagane se  $\pm 0,0100$  g askorbinske kiseline, a tikvica nadopuni do oznake 2%-tnom otopinom oksalne kiseline. U Erlenmeyerovu tikvicu od 50 ml otpipetira se 5 ml 2%-tne otopine oksalne kiseline i 5 ml pripremljene otopine askorbinske kiseline te se titrira s otopinom 2,6-diklorfenolindofenola do pojave ružičaste boje koja mora biti postojana. Iz podatka utrošenog volumena otopine 2,6-diklorfenolindofenola potrebnog za titraciju određene mase askorbinske kiseline izračuna se faktor otopine 2,6-diklorfenolindofenola.

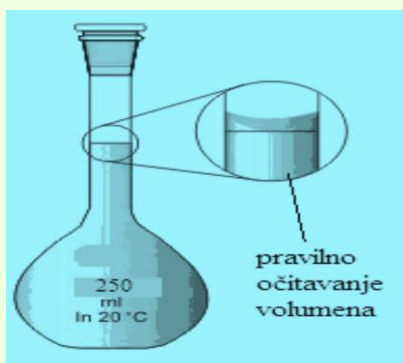
**VJEŽBA 11.****3.11. Određivanje ukupne kiselosti (potenciometrijska metoda)****Princip i primjena**

Ova se metoda temelji na potenciometrijskoj titraciji otopinom natrijevog hidroksida. Metoda se primjenjuje za određivanje ukupne kiselosti u voću i povrću i proizvodima od voća i povrća.

**Aparatura i pribor**

Osim uobičajene laboratorijske opreme upotrebljava se :

- Čaša obujma 250 ml s elektromagnetnom ili
- Čaša obujma 250 ml s mehaničkom miješalicom,
- Graduirana pipeta obujma 250 ml i 100 ml,
- Odmjerna tikvica obujma 250 ml (Slika 42.),
- Homogenizator ili tarionik,
- Analitička vaga (Slika 26.),
- Potencijometar sa staklenom elektrodom,
- Bireta obujma 100 ml,
- Filter -papir.



Slika 42. Odmjerna tikvica volumena 250 ml



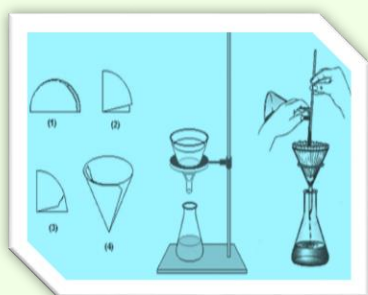
Slika 43. Automatske birete

**Reagensi**

- Natrijev hidroksid, otopina (NaOH)=0,1 mol/l,
- Puferna otopina poznatog pH.

**Priprema uzorka**

Kao uzorak mogu se koristiti tekući proizvodi i proizvodi koji se lako filtriraju (voćni bistri sokovi, voćni kašasti sokovi, voćni sirupi, bezalkoholna osvježavajuća gazirana ili negazirana pića, slani naljevi,...). Laboratorijski se uzorak homogenizira i profiltrira kroz vatu ili naborani filter- papir (Slika 44. i 45.). Nakon filtracije, otpipetira se 25 ml filtrata, prenese u odmjernu tikvicu obujma od 250 ml, tikvica se dopuni do oznake destiliranom vodom i njezin sadržaj dobro promućka (Slika 46.). Sadržaj u odmjernoj tikvici služi za određivanje ukupne kiselosti pomoću potenciometrijske metode.



**Slika 44. i 45.** Filtracija: pribor i postupak



**Slika 46.** Priprema uzorka u tikvici

Uzorak se analizira u najmanje dva ponavljanja

**NAPOMENA –VAŽNO!**

Iz gaziranih se proizvoda najprije mora ukloniti ugljični dioksid pod sniženim tlakom, mućkanjem od 3 do 4 minute ili laganim zagrijavanjem (Slika 47.).



**Slika 47.** Uklanjanje CO<sub>2</sub> laganim zagrijavanjem

Uzorak se može uzeti i po masi, vaganjem oko **25 g** uzorka s točnošću 0,01 g. Ovisno o očekivanoj kiselosti otpipetira se od 25 do 100 ml uzorka i prenese u čašu.

**Postupak**

Potenciometar se baždari pomoću standardne puferne otopine. Postavi se aparatura za titiranje i mjerenje pH i uključi magnetna miješalica (Slika 48.).



**Slika 48.** Aparatura za titiranje i mjerenje pH uz magnetnu miješalicu

Miješalica se pusti u rad, a zatim se iz birete brzo doda otopina od 0,1M NaOH dok se ne postigne pH oko 7 (Slika 49.).

Tada se dodavanje uspori, tj. dodaje se kap po kap 0,1M NaOH do **pH 8,1 ±0,2** (Slika 50.).



**Slika 49.** Titracija uzorka s NaOH do **pH oko 7**



**Slika 50.** Titracija uzorka s NaOH do **pH 8,1**

Na istom ispitnom uzorku obave se najmanje dva određivanja.

### Izračun

#### a) Zadatak 1.

Ukupna kiselost, izražena u mmol monobazične kiseline u 100 ml proizvoda, uzimajući u obzir i razblaženje, izračunava se formulom :

$$250/25 \cdot V_1 \cdot c \cdot 100/V_0 = 1000 \cdot V_1 \cdot c / V_0$$

Gdje je:

$V_0$  – obujam uzorka u ml

$V_1$  – obujam otopine NaOH utrošen za određivanje u ml

$c$  – točna koncentracija u mol/l otopine NaOH

#### b) Zadatak 2.

Odrediti ukupnu kiselost uzorka (izraženu u postotcima).

$$(\%) \text{ kiselost ukupna} = 100 \cdot G \cdot F \cdot V/D$$

Gdje je:

$V$  (ml) - volumen otopine NaOH utrošene pri titraciji

$F^*$  - faktor otopine NaOH  $c = 0,1$  mol/l

$G$  (g/ml) - faktor najzastupljenije kiseline u uzorku (prema Tablici 5.)

$D$  (g) - masa uzorka u 25 ml razrijeđenog homogeniziranog uzorka

**Tablica 5.** Primjeri kiselina s pripadajućim faktorima (AOAC, 2002.)

<b>Kiselina</b>	<b>Faktor</b>
Octena	<b>0,060</b>
Mliječna	<b>0,090</b>
Jabučna	<b>0,067</b>
Vinska	<b>0,075</b>
Limunska	<b>0,070</b>
Oksalna	<b>0,045</b>

**VJEŽBA 12.****3.12. Određivanje slobodnog CO<sub>2</sub> u osvježavajućim bezalkoholnim pićima****Princip i primjena**

Metoda je zasnovana na principu neutralizacije lužine s kiselinom. Primjenjuje se u proizvodnim pogonima za dokazivanje udjela slobodnog CO<sub>2</sub>.

**Aparatura i pribor**

Osim uobičajene laboratorijske opreme, upotrebljava se :

- Graduirana pipeta, obujma 5ml, 25ml i 50 ml,
- Erlenmeyerova tikvica 200, 250, 300 ili 500 ml,
- Bireta od 100 ml.

**Reagensi**

- HCl, c = 1,0 mol/l,
- NaOH, c= 1,0 mol/l,
- Fenolftalein,
- Smjesa KNa-tartarata i Na-citrata; 1:1.

**Uzorci:** Osvježavajuća gazirana bezalkoholna pića; Coca - Cola, Fanta, Nara, Tonik, Cocta.

**Slijepa proba**

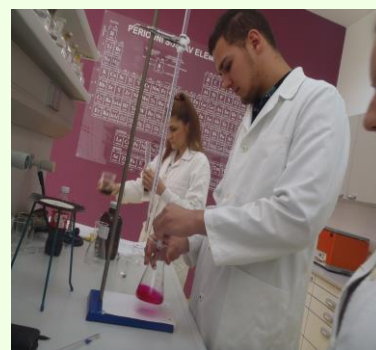
Destilirana voda i svi reagensi ili uzorak bez CO<sub>2</sub> i svi reagensi.

Za slijepu probu umjesto otplinjenog uzorka može se koristiti destilirana voda. Ukoliko se uzima uzorak, uzorak se zagrijava da izađe sav CO<sub>2</sub> i zatim se ohladi.

U tikvicu od 200, 250, 300 ili 500 ml otpipetira se 25 ml NaOH, doda se 50 ml uzorka bez CO<sub>2</sub> ili destilirana voda i 2-3 kapi indikatora (Slika 51.).



**Slika 51.** Dodavanje 2-3 kapi fenolftaleina u destiliranu vodu ili uzorak



**Slika. 52.** Titracija s kiselinom do obezbojenja

Vrši se titriranje s HCl c = 1,0 mol/l do obezbojenja, te se očitava utrošeni volumen kiseline koja se utrošila (Slika 52.).

## Postupak

U tikvicu od 200, 250, 300 ili 500 ml otpipetira se 25 ml NaOH i 5 ml smjese KNa-tartarata i Na-citrata (Slika 53.), zatim se doda 50 ml ispitivanog uzorka tako da vrh pipete bude uronjen u smjesu u tikvici (Slika 55.).



**Slika 53., 54. i 55.** Dodavanje 50 ml ispitivanog uzorka u 25 ml NaOH i 5 ml smjese KNa-tartarata i Na-citrata

Dodaju se 2-3 kapi fenolftaleina i titrira se kiselinom do obezbojenja ili prve promjene boje (ovisi o uzorku).

### NAPOMENA

Kod **tamno obojenih uzoraka**, prva promjena boje vrlo se malo razlikuje od početne otopine.



**Slika 56.** Titracija s kiselinom do prve promjene boje za uzorak Coca Cole.

## Izračun

$$\text{mg/l CO}_2 = (a - b) \cdot 44 \cdot R$$

Gdje je:

a – utrošak HCl u ml • F za slijepu probu

b - utrošak HCl u ml • F za uzorak

R – razjeđenje tj. 20



## VJEŽBA 13.

### 3.13. Određivanje slobodnog CO<sub>2</sub> pomoću manometra

# POKAZNA VJEŽBA

#### Princip i primjena

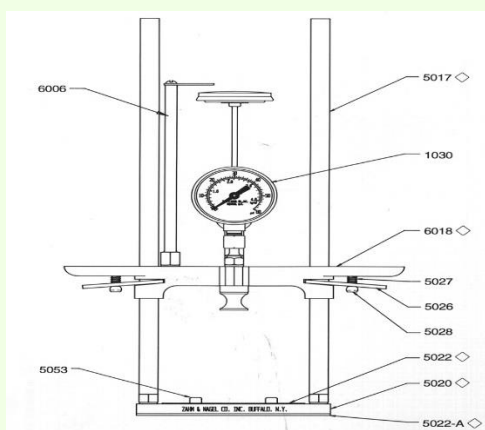
Određivanje količine CO<sub>2</sub> u gaziranom piću (volumen plina): metoda ručnog potresanja

#### Aparatura i pribor

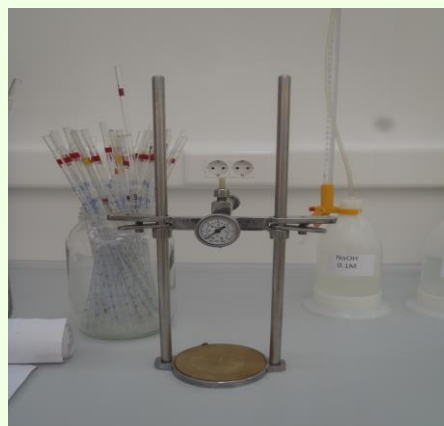
- Zahm-Nagel ručni mjerač.

#### Postupak

Određivanje stupnja gaziranja u uzorku pića, u % v/v., kao na Slici 59.



Slika 57. Zahm-Nagel ručni mjerač



Slika 58. Zahm-Nagel ručni mjerač



Slika 59. Određivanje slobodnog CO<sub>2</sub> pomoću Zahm-Nagel ručnog mjerača

**VJEŽBA 14.****3.14. Određivanje natrijevog klorida standardnom metodom za voće i povrće****Princip i primjena**

Određivanja se izvode na način da se otopini tvari koja se određuje dodaje otopina reagensa poznate koncentracije sve dok određivana tvar potpuno ne izreagira s reagensom. Metoda se koristi za određivanje natrijevog klorida u proizvodima od voća i proizvodima od povrća te proizvodima od voća i povrća.

**Aparatura i pribor**

- Odmjerna tikvica od 200 ml,
- Porculanska zdjelica,
- Stakleni štapić.

**Reagensi**

- Kalijev kromat ( $K_2CrO_4$ ),
- Otopina srebrova nitrata  $c = 0,1 \text{ mol/L}$  ( $AgNO_3$ ).

**Postupak**

Uzorak se homogenizira i odvagane se 20 g te se prenese u odmjernu tikvicu volumena 200 ml, tikvica se dopuni do oznake destiliranom vodom i njezin se sadržaj dobro promućka i profiltrira. Otpipetira se 10 ml filtrata u porculansku zdjelicu, doda 2 ml  $K_2CrO_4$  (kalijevog kromata) i titrira s otopinom srebrova nitrata  $c = 0,1 \text{ mol/l}$  poznatog faktora do promjene boje u crvenkasto-smeđu.



**Slika 60.** Porculanska zdjelica

**NAPOMENA**

Porculanska zdjelica smije se zagrijavati na otvorenom plamenu plinskog plamenika. Ne smije se upotrebljavati za uparavanje jakih lužina i otopina koje sadržavaju fluorovodičnu kiselinu.

**Izračun**

$$\% \text{ NaCl} = a \times F \times 0,005846 \times 100 / m$$

Gdje je:

a - volumen utrošene otopine srebrova nitrata  $c=0,1 \text{ mol/l}$

F\* - faktor otopine srebrova nitrata  $c=0,1 \text{ mol/l}$

0,005846 - masa NaCl u gramima koja odgovara 1 ml otopine srebrova nitrata  $c=0,1 \text{ mol/L}$

m - masa ispitivanog uzorka u gramima

**\*Određivanje faktora otopine srebrova nitrata:**

Za pripremu otopine srebrova nitrata  $c= 0,1 \text{ mol/l}$  koristi se volumetrijski standard srebrova nitrata  $0,1 \text{ mol/L}$  čiji je faktor jednako 1 ( $F=1,0000$ ).

## VJEŽBA 15.

### 3.15. Određivanje u vodi netopljivih tvari - analiza marmelade (proizvod od voća)

#### Princip i primjena

Gravimetrijske metode analize zasnivaju se na mjerenju mase tvari koja se tijekom analize izdvaja u obliku teško topljivog taloga poznatog kemijskog sastava, nakon čega slijedi filtriranje. Filtriranje u gravimetrijskoj analizi je operacija kojom se talog kvantitativno odvaja od tekućine u kojoj je suspendiran, propuštanjem suspenzije preko nekog filtra. Je li potrebno sušenje ili žarenje ovisi o svojstvima taloga i o tome kroz koje je filtracijsko sredstvo filtriran. Sušenje je dovoljno samo za one taloge koje je moguće vagati u obliku u kojem su istaloženi. Metoda se primjenjuje za određivanje u vodi netopljivih tvari u proizvodima od voća ili povrća.

Topljivost je svojstvo otopljene tvari definirano količinom te tvari koja se može otopiti u nekom otapalu, a da pri tom nastala otopina bude u ravnoteži.

#### Aparatura i pribor

- Čaša od 400 ml ili tikvica,
- Plinski plamenik,
- Keramička mrežica,
- Stakleni štapić,
- Odmjerna tikvica od 200 ml,
- Filter- papir,
- Lijevak,
- Satno staklo,
- Sušionik,
- Eksikator,
- Analitička vaga.

#### NAPOMENA

Bistri sokovi, gazirana pića, alkoholna pića, ocat, tekuća sredstva za čišćenje, parfemi, sve su to primjeri pravih otopina u kojim je veličina disperzne faze manja od 1 nanometar.

Od svih otapala, voda je najčešće otapalo. Zbog svojih polarnih svojstava, voda odlično otapa mnoštvo čvrstih tvari kao što su soli (ionski kristali), dok u pravilu, mnogo slabije otapa plinove.

#### Postupak

U čašu od 400 ml vagne se 10 g uzorka i doda 150 ml destilirane vode. Na plinskom plameniku preko keramičke mrežice mješavina se grije, uz stalno miješanje staklenim štapićem, do vrenja (Slika 61.). Zatim se mješavina ohladi (Slika 62.) i kvantitativno prenese u odmjernu tikvicu od 200 ml, tikvica se nadopuni destiliranom vodom do oznake i filtrira preko prethodno odvagnutog filter-papira. Filter-papir s talogom se stavi na satno staklo i suši do konstantne mase, na temperaturi od 105°C.

Nakon sušenja filter-papir s talogom se ohladi u eksikatoru i vagne na analitičkoj vagi. Filtrat treba sačuvati za daljnje određivanje ukupnih kiselina i u vodi topljivih tvari.



Slika 61. Grijanje uzorka do vrenja



Slika 62. Hlađenje mješavine

### Izračun

$$\% \text{ netopljive suhe tvari} = \frac{c-b}{a} \times 100$$

Gdje je:

a-masa uzorka za analizu

b-masa filter- papira

c-masa filter- papira s talogom

**VJEŽBA 16.****3.16. Neto sadržaji metodom težine****Princip i primjena**

Ovom se metodom mogu utvrditi neto sadržaji gotovih proizvoda mjerenjem težine. Težina je najtočniji način mjerenja neto sadržaja. Tara težina (prazna težina boce ili limenke) se oduzima od ukupne težine ambalaže kako bi se dobila težina pića. Težina pića u posudi se pretvara u unce za tekućinu ili mililitre prema jednadžbi:

$$\text{gustoća} = \text{masa/obujam}$$

Tara težine bi se trebale provjeriti kod svakog ispitivanja uzoraka, budući da se težina prazne ambalaže može razlikovati.

**NAPOMENA**

Za ovu metodu potrebno je mjerenje precizne gustoće.

**Aparatura i pribor**

- Vaga s preciznošću od 0.1 g (Slika 4.),
- Refraktometar (Slika 11.),
- Tablica Brix gustoće ili denzitometar,
- Stalaža za cijedenje boca i limenki.

**Priprema opreme**

- Osigurajte da vaga bude baždarena,
- Osigurajte da refraktometar ili denzitometar budu baždareni,
- Utvrđene težine za baždarenje vage.

**Priprema uzorka**

Nakon vaganja bruto težine, pripremiti okrenut, otplinjen uzorak pri temperaturi od 20° C za uporabu u refraktometru ili denziometru kako bi utvrdili gustoću. Iako uzorak možda još nije okrenut, može to postati do vremena konzumacije.

Prema tome, najkonzervativnija mjera je s okrenutim uzorkom.

**Baždarenje**

Periodički provjeriti baždarenje vage barem jednom mjesečno s utvrđenim težinama.

**NAPOMENA**

Ovaj postupak neće zahtijevati detaljne pripreme, baždarenje, ni uporabu refraktometra ili mjerila gustoće. (Pogledajte upute proizvođača ili Metodu Brix ispitivanja radi detalja.).

**Postupak**

- Uzeti napunjenu i zatvorenu posudu,
- Provjeriti da je vanjski dio suh i čist,

- Izvagati cijelu ambalažu,
- Uzeti uzorak za mjerenje gustoće nakon otplinjavanja,
- Isprazniti ambalažu i potpuno ocijedite,
- Isprati vodom i ocijedite,
- Okrenuti na stalaži za cijedenje na 30 minuta,
- Osušiti svu preostalu vlagu,
- Izmjeriti tara težinu (uključujući jezičac za otvaranje ili krunski/ navojni zatvarač),
- Izračunajte obujam neto težine iz sljedeće jednadžbe.

### Izračun

$$\text{Neto sadržaj (ml)} = \frac{\text{bruto težina (g)} - \text{tara težina (g)} - \text{CO}_2 \text{ težina (g)}}{\text{gustoća (g/ml otopljenog, okrenutog uzorka)}}$$

Gustoća = očitavanje s denzitometra ili iz Tablice 2. gustoću prema Brix-u.

CO<sub>2</sub> težina = nominalna težina ambalaže (l) x obujam plina x 1.856 g/l

Primjer izračuna neto sadržaja:

Nominalna veličina ambalaže	=	300 ml = 0.3 l
Bruto težina	=	348.3 g
Tara težina	=	30.1 g
Obujam CO <sub>2</sub> plina	=	3.6
Brix	=	11.3
Gustoća	=	1.0422 g/ml

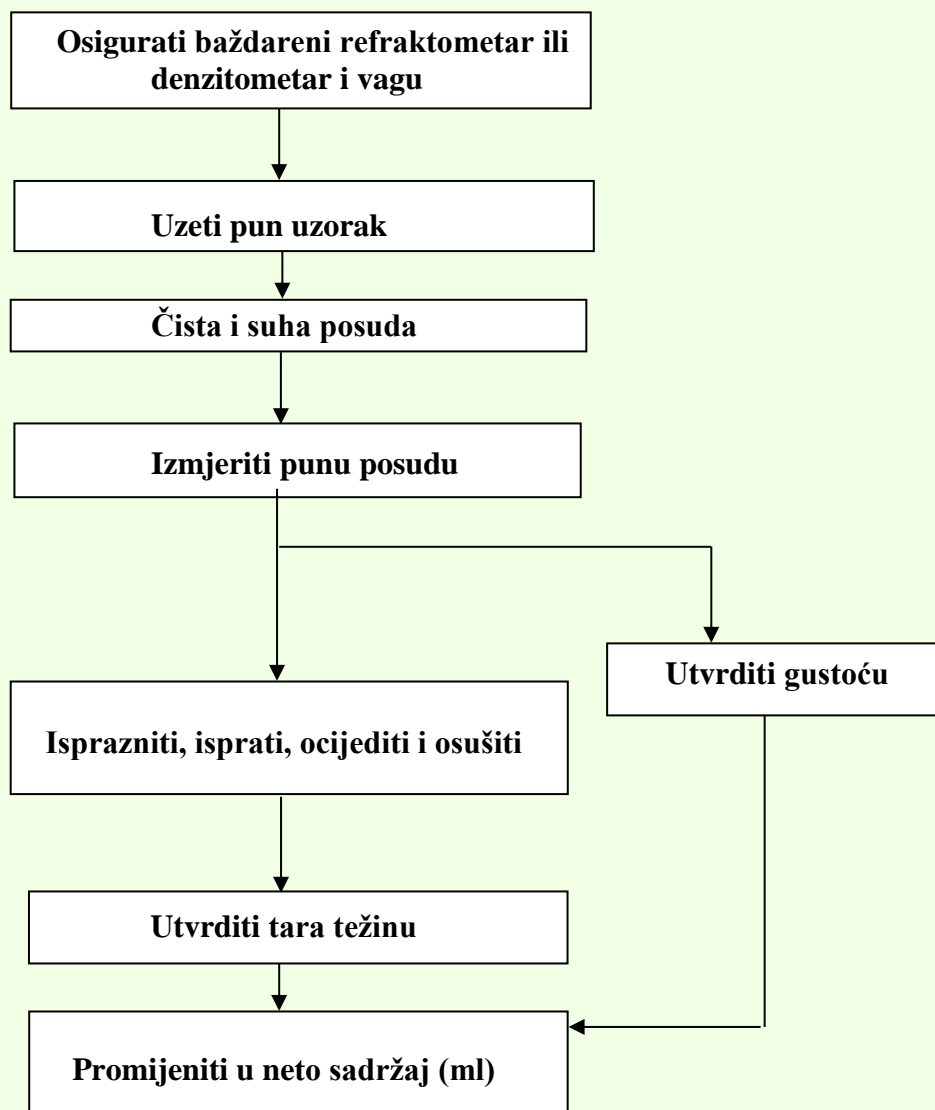
Težina CO<sub>2</sub> = (0.3 l) x (3.6 obujma plina) x (1.856 g/l) = 2.0 g

$$\text{Neto sadržaj} = \frac{348.3\text{g} - 30.1\text{g} - 2.0\text{g}}{1.0422\text{g/ml}} = 303.4\text{ml}$$

### NAPOMENA

Učestalost ispitivanja u industriji:

- uobičajena proizvodnja: jednom svaki sat.
- svaki ventil punjača: jednom svakog tjedna – puni krug punjača.

**Dijagram 1.** Tok procesa utvrđivanja neto sadržaje metodom težine



**Dobro je znati!****Tablica. 6.** Rješavanje problema

Simptom	Uzrok	Rješenje
Visok, nizak neto sadržaj.  (povezana metoda ispitivanja)	Vaga nije baždarena.	Provjeriti ispravnost vage.
	Refraktometar ili denzitometar nisu točni.	Baždariti instrument (osigurati da je temperatura uzorka 20° C, otpliniti i okrenuti uzorak).
	Greška u računu.	Pregledati matematičke izračune.
	Nije točna tara težina.	Potpuno isprati i osušiti; uključiti i jezičac za otvaranje ili krunske zatvarače.
Visok ili nizak neto sadržaj.  (povezani proces)	Pretjerano pjenjenje.	Odzračivanje tretirane vode.
	Ispušna cijev.	Provjeriti reguliranje.
	Prolijevanje.	Provjeriti reguliranje dovodnog kotača; tlak poklopca.
	Tlak u cijevi punjača.	Provjeriti namještanje tlaka i regulatora.
	Piće nije u cilju.	Staviti proizvod na cilj.
	Tara veličina.	Smanjiti promjenljivost tara težine ambalaže. Izmjeriti tara težinu svake provjerene individualne ambalaže.

**NAPOMENA**

**DENZITOMETAR** je uređaj koji mjeri faktor refleksije ili transmisije, odnosno omjer između upadnog svjetla usmjerenog na uzorak i reflektiranog ili propuštenog svjetla koji dođe do fotoćelije u uređaju.

Postoje dvije vrste uređaja:

1. transmisijski denzitometar,
2. refleksni denzitometar uzorak i reflektiranog ili propuštenog svjetla koji dođe do fotoćelije u uređaju.

**VJEŽBA 17.****3.17. Neto sadržaji metodom obujma****Princip i primjena**

Za utvrđivanje neto sadržaja gotovog proizvoda s volumenskim mjerama. (Metoda težine se obično smatra točnijom metodom). Radi točnosti ispitivanja, važno je da temperatura uzorka i temperatura destilirane vode ostanu pri temperaturi baždarenja stakla. Obujam će se mijenjati s promjenom temperature. Volumenska se metoda može koristiti za PET i staklene boce. Pogledajte metode težine za limenke i poboljšanu preciznost.

**Aparatura i pribor**

- Diobeni cilindar (TC) ili potvrđena posuda za mjerenje,
- Volumenske posude (TD) potvrđene za dostavu (veličine za ispitivanje ambalaže),
- Kapaljka za oči,
- Termometar.

**Priprema opreme ( )**

- Namočiti sve unutarnje površine posude vodom i ocijediti 10 sekundi prije uporabe.

**Reagensi**

- Destilirana ili deionizirana voda.

**Priprema uzorka**

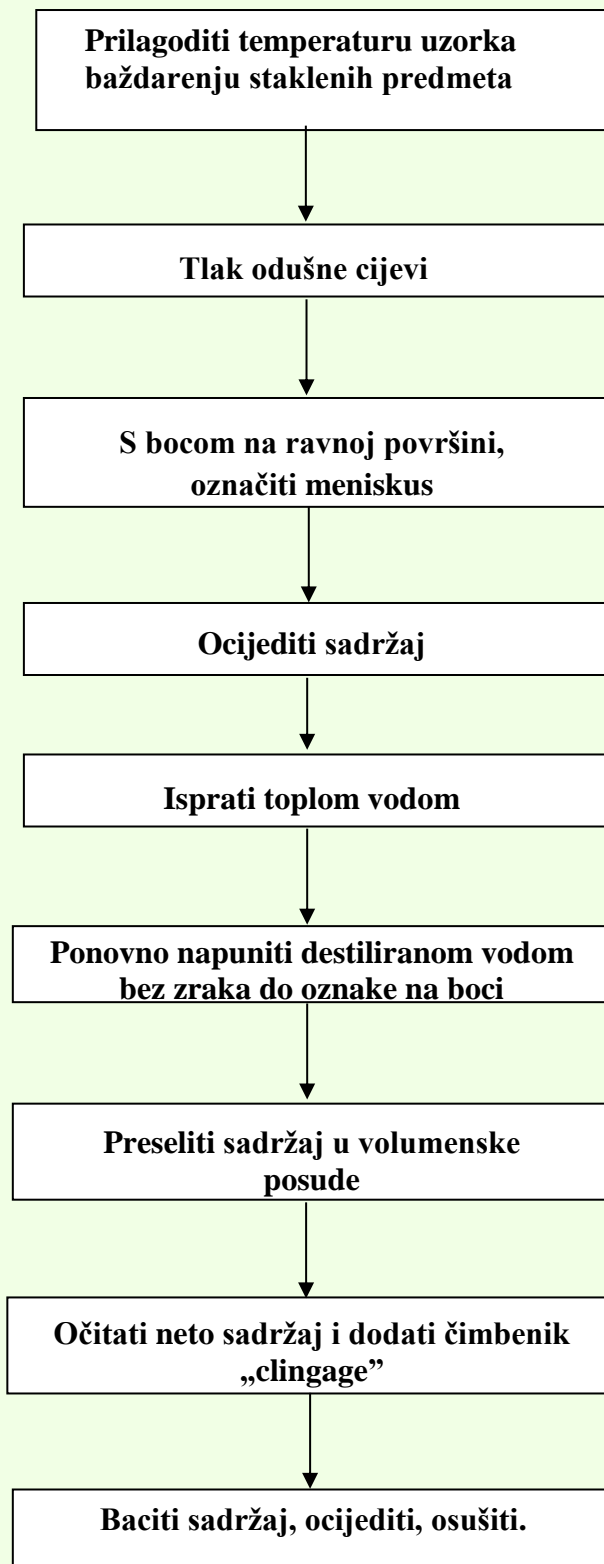
Temperatura uzorka i vode treba biti pri temperaturi za baždarenje stakla.

**Postupak**

- Staviti proizvode u bocu na ravnu površinu,
- Boce ispuhati kako bi se otpustio tlak i stabilizirao tekući nivo prije označavanja,
- Pažljivo označiti nivo tekućine na grliću boce s vodootpornim markerom ili ljepljivom trakom. Staviti oznaku na dnu meniskusa,
- Otvoriti bocu i baciti sadržaj. Isprati i ocijediti ponovno, najmanje 5 sekundi,
- Napuniti bocu s destiliranom vodom bez zraka do oznake za nivo tekućine na grliću boce,
- Dno meniskusa bi trebao pasti direktno na oznaku. Koristiti kapaljku za oči za konačno usklađivanje nivoa,
- Polako preseliti sadržaj boce u volumensku posudu (TC) ili diobeni cilindar (TC) slične veličine. Ocijediti bocu 10 sekundi. Paziti da se voda ne prolije,
- Očitati neto sadržaj na diobenom cilindru ili grliću posude (na dnu meniskusa),
- Zabilježiti rezultate,
- Baciti sadržaj,
- Ocijediti posudu na 10 sekundi prije ponovne uporabe.

**Učestalost ispitivanja**

- Uobičajena proizvodnja: jednom svaki sat.
- Svaki ventil punjača: jednom tjedno – puni krug.

**Dijagram 2.** Tok procesa utvrđivanja neto sadržaja metodom obujma (Vidi dijagram I.)

**NAPOMENA**

Radi preciznih mjera, treba dodati čimbenik „clingage”. Za određivanje čimbenika „clingage” određene ambalaže, koristite baždareni posudu za dostavu (TD) kako bi istočili poznatu količinu vode u čistu, suhu ambalažu. Prebacite sadržaj ambalaže u potvrđenu posudu za mjerenje za sadržavanje (TC) ili diobeni cilindar. Razlika u mjerama može se koristiti kao čimbenik „clingage” pretpostavljajući da su sva vremena cijedenja slična.

**„CLINGAGE”- Ostaci proizvoda koji prijanjaju na površinu stijenke nakon cijedenja.**

**Dobro je je znati!****Tablica: 7.** Rješavanje problema

Simptom	Uzrok	Rješenje
Visok, nizak neto sadržaj (povezana metoda ispitivanja).	Kriva temperatura uzorka ili vode.	Provjeriti da je temperatura uzorka i vode pri utvrđenoj temperaturi stakla.
	Krivi čimbenik ”clingage”.	Ponovno provjeriti čimbenik „clingage” za svaki određeni tip ambalaže.
Visok ili nizak neto sadržaj (povezani proces).	Pretjerano pjenjenje.	Odzračivanje tretirane vode.
	Ispušna cijev.	Provjeriti reguliranje.
	Prolijevanje.	Provjeriti reguliranje dovodnog kotača; tlak poklopca.
	Tlak u cijevi punjača.	Provjeriti namještanje tlaka i regulatora.
	Piće nije u cilju.	Staviti proizvod na cilj.
	Tara veličina.	Smanjiti promjenljivost tara težine ambalaže. Izmjeriti tara težinu svake provjerene individualne ambalaže.

NAPOMENA ZA KRAJ.....



Slika 63. Pranje laboratorijskog posuđa i ostalog pribora na kraju rada

**NAPOMENA!**

**UVIJEK, PRI KRAJU RADA U LABORATORIJU POTREBNO JE OPRATI UPOTREBLJENO LABORATORIJSKO POSUĐE I PRIBOR DETERDŽENTOM ZA PRANJE LABORATORIJSKOG POSUĐA I OSTALOG PRIBORA TE ISPRATI DESTILIRANOM VODOM I STAVITI NA SUŠENJE.**

**LABORATORIJ MORA OSTATI ČIST I UREDAN!**

#### 4. LITERATURA

1. Dabić, P. (2010). Sigurnost pri radu-laboratorijske vježbe (interna skripta), Sveučilište u Splitu, Kemijsko-tehnološki fakultet, Split.
2. Voća, S., Dobričević, N., Šic Žlabur, J. (2011). Priručnik za vježbe iz modula Prerada voća i povrća, Agronomski fakultet Sveučilište u Zagrebu, ISBN.
3. Vračar, Lj.(2001). Priručnik za kontrolu kvaliteta svježeg i prerađenog voća, povrća i pečurki i osvježavajućih bezalkoholnih pića, Tehnološki fakultet, Novi Sad.
4. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J. (1999). Osnove analitičke kemije, Školska knjiga, Zagreb.
5. Juhas, E. (1987). Metode konzervisanja prehrambenih proizvoda (skripta), Tehnološki fakultet, Novi Sad.
6. Mujić, I., Alibabić, V. (2005). Tehnološki procesi konzerviranja hrane, Univerzitetska knjiga, Bihać.
7. Herceg, Z. (2009). Procesni konzerviranja hrane : novi postupci, Golden marketing – Tehnička knjiga, Zagreb.
8. Križanić, J. (1995). Svijet pića = World of drinks, Mali princ, Koprivnica.
9. Lovrić, T., Piližota, V. (1994). Konzerviranje i prerada voća i povrća, Globus, Zagreb.
10. Greenfield H., Southgate D.A.T. (1992). Food Composition Data (production, managment and use), Elsevier Applied Science, London-New York.
11. Fišer, F. (1962). Poljoprivredna tehnologija II dio (Prerada voća i povrća), Sveučilište u Zagrebu, Poljoprivredni fakultet, Zagreb.
12. Kalinić, V. (2006). Kemija mediteranskog voća i tehnologija prerade, Skripta I. dio, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, Split.
13. Niketić-Aleksić, G. (1994). Tehnologija voća i povrća. Poljoprivredni fakultet, Beograd.
14. Hui, Y. H. (2006). Handbook of Fruits and Fruit Processing, Blackwell Publishing, Iowa USA.
15. Goldberg, I. (1994). Functional foods, Chapman&Hall, London.
16. Ashurst, P. R. (1995). Production and packaging of non-carbonated fruit juices and fruit beverages, Blackie Academic & Professional, London.
17. Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC International, Washington, USA (2002) Sesc. 967.21.

18. Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC International, Washington, USA (2002) Sesc. 942.15.
19. Narodne novine ( 117/04, 130/03, 48/04). Pravilnik o šećeru i ostalim saharidima, njihovim otopinama te škrobu i škrobnim sirupima (2004).
20. Ljubas, D., Dobrović, S. (2012). Pravila za siguran rad i boravak u Laboratoriju za vodu, gorivo i mazivo, Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, Zagreb. Dostupno na: <https://www.fsb.unizg.hr/voda/files/>, (07.05. 2015.).
21. Specijalizirani web portal i časopis za tržište robe široke potrošnje (FMCG) i ugostiteljstva (HORECA) (2014). Ukusni i osvježavajući, bez mjehurića. Dostupno na: <http://www.professional.hr/>, (06.04.2015.)
22. Anonymus (2015). <http://www.volim-jabuke.com/>, (06.07.2015.)
23. Anonymus (2015). [http://www.periodni.com/gallery/kiselo-bazna\\_titracija.png/](http://www.periodni.com/gallery/kiselo-bazna_titracija.png/), (09.07.2015.)
24. Generalić, E. (2015). "Filtar papir." *Englesko-hrvatski kemijski rječnik & glosar*. KTF-Split. Dostupno na: <http://glossary.periodni.com>, (16.10. 2015).
25. model-EDUCA d.o.o. (2015). Dostupno na: <http://www.model-educa.hr>, (16.8. 2015).
26. Pčelarska udruga "Turopolje"(2015). Dostupno na: [http:// www.puturopolje.hr](http://www.puturopolje.hr), (16.8. 2015).
27. Milošević, R. (2015). Sat kemije, Indikatori, 7. razred . Dostupno na: <http://www.skole.hr>, (16.8. 2015).

## 5. PRILOZI

### Popis slika:

**Slika 1.** Prostorija za tehničara

**Slika 2.** Mali analitički laboratorij

**Slika 3.** Veliki analitički laboratorij

**Slika 4.** Tehnička vaga

**Slika 5.** Sorta jabuke Golden Delicious

**Slika 6.** Sorta jabuke Jonagold

**Slika 7.** Sorta jabuke Idared

**Slika 8.** Sorta jabuke Gala

**Slika 9.** Domaći sok od naranče

**Slika 10.** Ručni optički refraktometar

**Slika 11.** Digitalni refraktometar

**Slika 12.** pH skala - raspon pH vrijednosti (Lakmus papir)

**Slika 13.** Univerzalni indikatorski papir

**Slika 14.** Metiloranž- crven u kiseloj otopini

**Slika 15.** Fenolftalein - ljubičast u lužnatoj otopini

**Slika 16.** pH metar s magnetnom mješalicom

**Slika 17.** Areometar - uređaj za mjerenje gustoće tekućina.

**Slika 18.** Piknometar

**Slika 19.** Eksikator

**Slika 20.** Postupak odvajanja nečistoća

**Slika 21.** Postupak odvajanja nečistoća -2. korak

**Slika 22.** Postupak dekantiranja, zatim filtriranja

**Slika 23.** Zagrijavanje posude za spaljivanje s filter papirom

**Slika 24.** Peć za spaljivanje

**Slika 25.** Spaljivanje u peći na 600°C

**Slika 26.** Analitička vaga s točnošću od 0,0002g



- Slika 27.** Sušionik sa automatskom regulacijom temperature na 103°C
- Slika 28.** Postupak hlađenja u eksikatoru
- Slika 29.** Aparatura za određivanje prirodnog inverta
- Slika 30.** Boja nakon titracije s 0,1 mol/l otopinom natrijevotiosulfata
- Slika 31.** Pretitrirani uzorak
- Slika 32.** Dodavanje nekoliko mililitara škrobne otopine
- Slika 33.** Slijepa proba
- Slika 34.** Litmus peper blue
- Slika 35.** Neutralizacija s 1 mol/l otopinom NaOH
- Slika 36.** Postupak razgradnja na jednostavnije šećere
- Slika 37.** Završna točka titracije - intezivno plavo obojeni kompleks
- Slika 38.** Završna točka titracije - intezivno plavo obojeni kompleks
- Slika 39.** Završna točka titracije - intezivno plavo obojeni kompleks
- Slika 40.** Završna točka titracije kod soka od marelice – nije intezivno plavo obojeni kompleks
- Slika 41.** Titracija s otopinom 2,6-diklorfenolindolfenola
- Slika 42.** Odmjerna tikvica volumena 250 ml
- Slika 43.** Automatske birete
- Slika 44.** Priprema uzorka u tikvici
- Slika 45.** Filtracija: pribor i postupak
- Slika 46.** Filtracija: pribor i postupak
- Slika 47.** Uklanjanje CO<sub>2</sub> laganim zagrijavanjem
- Slika 48.** Aparatura za titriranje i mjerenje pH uz magnetnu miješalicu
- Slika 49.** Titracija uzorka s NaOH do pH oko 7.
- Slika 50.** Titracija uzorka s NaOH do pH 8,1 ±0,2.
- Slika 51.** Dodavanje 2-3 kapi fenoltaleina u destiliranu vodu ili uzorak
- Slika 52.** Titracija s kiselinom do obezbojenja
- Slika 53.** Dodavanje 50 ml ispitivanog uzorka u 25 ml NaOH i 5 ml smjese KNa-

tartarata i Na-citrata

**Slika 54.** Dodavanje 50 ml ispitivanog uzorka u 25 ml NaOH i 5 ml smjese KNa-tartarata i Na-citrata

**Slika 55.** Dodavanje 50 ml ispitivanog uzorka u 25 ml NaOH i 5 ml smjese KNa-tartarata i Na-citrata

**Slika 56.** Titracija s kiselinom do prve promjene boje za uzorak Coca Cole

**Slika 57.** Zahm-Nagel ručni mjerač, tehnički opis

**Slika 58.** Zahm-Nagel mjerač

**Slika 59.** Određivanje slobodnog CO<sub>2</sub> pomoću Zahm-Nagel ručnog mjerača

**Slika 60.** Porculanska zdjelica

**Slika 61.** Grijanje uzorka do vrenja

**Slika 62.** Hlađenje mješavine

**Slika 63.** Pranje laboratorijskog posuđa na kraju rada

**Popis tablica:**

**Tablica 1.** Odnosi stupanj Brix-a, g/l šećera i ° Baumea (Bé)

**Tablica 2.** Preračunavanje stupnjeva po Brixu

**Tablica 3.** Gustoća vode na različitim temperaturama

**Tablica 4.** Određivanje količine šećer s 25 ml Luffove otopine.

**Tablica 5.** Primjeri kiselina s pripadajućim faktorima (AOAC, 2002.)

**Tablica 6.** Rješavanje problema 1

**Tablica 7.** Rješavanje problema 2

**Popis dijagrama:**

**Dijagram 1.** Tok procesa utvrđivanja neto sadržaje metodom težine

**Dijagram 2.** Tok procesa utvrđivanja neto sadržaje metodom obujma

## ZAHVALE

Zahvaljujem mojim profesorima i kolegama: prof. dr. sc. Tomislavu Petraku, Josipu Čuligu, dipl. ing. i dr. sc. Luki Goldoniju na svemu što su me naučili.

Zahvaljujem se prekrasnome čovjeku prof. dr. sc. Midhatu Jašiću.

Nadasve veliko hvala mojim prijateljima i dragim kolegama.

Zahvaljujem studentima na suradnji i pomoći tijekom izrade ovog Priručnika.



Neizmjereno sam zahvalna mojoj obitelji na bezuvjetnoj podršci u svemu što radim.

*Osjećati zahvalnost a ne iskazati ju, isto je što i umotati poklon, a ne predati ga.*

*William Arthur Ward*

*Martine i Jasminko, hvala Vam!*

## O AUTORU

**Sandra Zavadlav**, dipl. ing. prehrambene tehnologije rođena je 7. prosinca 1977. godine u Zagrebu. Završila je Prirodoslovno- matematičku gimnaziju u Zagrebu. Diplomirala je na Prehrambeno-biotehnološkom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu, Zavodu za prehrambeno-tehnološko inženjerstvo pod mentorstvom prof. dr. sc. Tomislava Petraka, tadašnjeg voditelja Laboratorija za meso i ribu. Doktorski studij upisuje 2008. godine na Prehrambeno-biotehnološkom fakultetu Sveučilišta u Zagrebu. Istraživanje provodi u Zavodu za prehrambeno-tehnološko inženjerstvo, Laboratorija za meso i ribu pod mentorstvom dr. sc. Sanje Vidaček, izv. prof. Nakon završetka studija zapošljava se u privatnom sektoru kao pomoćni projektant za prehrambenu industriju, a zatim kao konzultant za sustave osiguravanja kvalitete i sigurnost hrane (HACCP, ISO 22 000, ISO 17025, ISO 9001,...). Od 2006-te godine je vanjski suradnik na Veleučilištu u Karlovcu. Tijekom rada pohađala je mnogobrojne tečajeve u zemlji i inozemstvu iz domene sigurnosti hrane, projektnog upravljanja, sustava upravljanja kvalitetom. Od 2008. godine nalazi se na listi Hrvatske akreditacijske agencije kao eksperat za normu ISO 17025.

Sudjelovala je i dalje redovito sudjeluje na mnogobrojnim znanstvenim i stručnim kongresima, simpozijima, seminarima i radionicama. Organizatorica je nekoliko stručnih skupova o sigurnosti hrane i sljedivosti u prehrambenoj industriji, te je autorica nekolicine članaka iz te oblasti.

Od 2013. godine zaposlena je na Veleučilištu u Karlovcu te je nositeljica kolegija:

- „Tehnologija bezalkoholnih pića”,
- „Operacije i strojevi u prehrambenoj industriji 1”,
- „Operacije i strojevi u prehrambenoj industriji 2 ”,
- „Tehnologija kave i kavovina”,
- „Tehnologija zaštite okoliša”.

Majka je jednog prekrasnog djeteta.

*Quid quid agis, prudenter agas et  
respice finem.*

*(Whatever you do, do it with  
intelligence and with the end in mind.)*