

Priručnik za vježbe iz modula Prerada voća i povrća

Voća, Sandra; Dobričević, Nadica; Šic Žlabur, Jana

Authored book / Autorska knjiga

Publication status / Verzija rada: **Published version / Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)**

Publication year / Godina izdavanja: **2011**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/um:nbn:hr:204:141364>

Rights / Prava: [In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-11-06**



Repository / Repozitorij:

[Repository Faculty of Agriculture University of Zagreb](#)





Priručnici / nastavni tekst Agronomskog fakulteta
Sveučilišta u Zagrebu

Priručnik za vježbe iz modula
Prerada voća i povrća

Sandra Vodan, Nadica Dobrevišević, Jana Šic Žlabur

Agronomski fakultet Sveučilište u Zagrebu
2011.

Priru nici / nastavni tekst Agronomskog fakulteta Sveu ilišta u Zagrebu

Prof. dr. sc. Verica Dragovi -Uzelac, Prehrambeno biotehnološki fakultet
Sveu ilišta u Zagrebu

Recenzenti: Prof. dr. sc. Marija Bujan, Agronomski fakultet Sveu ilišta u Zagrebu

Prof. dr. sc. Milan Šoški , Agronomski fakultet Sveu ilišta u Zagrebu

Izdava : Agronomski fakultet Sveu ilišta u Zagrebu; Svetosimunska cesta 25, Zagreb

Odluka: Klasa: 602-09/11-02/7; Ur.br. 251-71-02-11-3:

Fakultetsko vije e: 15. studenoga 2011.

Web stranica Agronomskog fakulteta Sveu ilišta u Zagrebu; 3 primjerka

Naklada: Centralna agronomска knjižnica Agronomskog fakulteta Sveu ilišta u Zagrebu

ISBN: **978-953-6135-98-1**

KAZALO

OP E NAPOMENE DOBRE LABORATORIJSKE PRAKSE	1
OSNOVNA PRAVILA PONAŠANJA U KEMIJSKOM LABORATORIJU	2
PONAŠANJE U SLU AJU NEZGODE	2
KAKO SE POZIVAJU SLUŽBE U NEZGODI	3
1. TEORETSKI DIO	4
1.1. UVOD	5
1.2. ODRE IVANJE MEHANI KOG SASTAVA SIROVINE	6
1.3. ODRE IVANJE OSNOVNOG KEMIJSKOG SASTAVA SIROVINE	7
1.4. POLARIMETRIJA	8
1.4.1. POLARIMETRI I NJIHOVA KONSTRUKCIJA	8
1.4.1.1. Analiti ka upotreba polarimetra	8
1.5. REFRAKTOMETRIJA	9
1.5.1. REFRAKTOMETRI I NJIHOVA KONSTRUKCIJA	9
1.5.1.1. Ru ni refraktometar	9
1.5.1.2. Analiti ka upotreba refraktometra	9
1.6. ACIDIMETRIJA	10
1.6.1. INDIKATORI	10
1.6.2. ANALITI KA UPOTREBA ACIDIMETRIJE	12
1.7. DESTILACIJA	13
1.7.1. LABORATORIJSKI URE AJI ZA DESTILACIJU	13
1.8. AREOMETRIJA	14
1.8.1. AREOMETRI I NJIHOVA KONSTRUKCIJA	14
1.8.2. ANALITI KA UPOTREBA AREOMETARA	15
1.8.2.1. Odre ivanje gusto e	15
1.8.2.2. Odre ivanje kvantitativnog sastava	16
2. PRAKTI NI DIO	17
2.1. ODRE IVANJE MEHANI KOG SASTAVA SIROVINE	18
2.2. ODRE IVANJE OSNOVNOG KEMIJSKOG SASTAVA SIROVINE	20
2.2.1. ODRE IVANJE UKUPNE SUHE TVARI SUŠENJEM NA 105°C	20
2.2.2. ODRE IVANJE TOPLJIVE SUHE TVARI	22
2.2.3. ODRE IVANJE pH VRIJEDNOSTI	23
2.2.4. ODRE IVANJE UKUPNE KISELOSTI	24
2.2.3. ODRE IVANJE L-ASKORBINSKE KISELINE (VITAMIN C)	27
2.2.4. ODRE IVANJE NATRIJEVOG KLORIDA STANDARDNOM METODOM ZA VO E I POVR E	30
2.3. ANALIZA ŠE ERA	32
2.4. ANALIZA SUHOG VO A I POVR A - INDEKS REHIDRACIJE	35
2.4.1. KVALITATIVNO DOKAZIVANJE NATRIJEVOG KLORIDA U KONZERVIRANOM POVR U	36

2.5. KVALITATIVNO ODRE IVANJE PEROKSIDAZE U POVR U	37
2.6. ANALIZA MARMELADE	40
2.6.1. ODRE IVANJE U VODI NETOPLJIVIH TVARI	40
2.6.2. ODRE IVANJE U VODI TOPLJIVIH TVARI.....	41
2.6.3. UKUPNA SUHA TVAR MARMELADE	41
2.6.4. KOLI INA UKUPNIH KISELINA.....	42
2.7. ANALIZA KONCENTRATA OD RAJ ICE (pire od raj ice)	43
2.7.1. KVANTITATIVNO ODRE IVANJE NATRIJEVOG KLORIDA.....	43
2.7.2. ODRE IVANJE SUHE TVARI U PIREU OD RAJ ICE.....	44
2.7.3. ODRE IVANJE UKUPNIH KISELINA U PIREU OD RAJ ICE	44
2.8. PRIPREMA POLUPRERA EVINA VO NE PULPE I VO NE KAŠE (MARK).....	45
2.9. ODRE IVANJE GUSTO E OTOPINE RAZLI ITIM METODAMA.....	48
2.9.1. PIKNOMETROM	48
2.9.2. SAHAROMETROM	48
2.10. ODRE IVANJE JA INE OCTA.....	49
2.10.1. ODRE IVANJE VOLUMNOG UDJELA ALKOHOLA DESTILACIJOM	50
3. POPIS LITERATURE	51

OP E NAPOMENE DOBRE LABORATORIJSKE PRAKSE

Za uspješan rad u laboratoriju potrebno je pridržavati se osnovnih pravila i napomena koje omogu avaju izvo enje vježbi na siguran na in. Ta pravila su sljede a:

Prou iti upute prije svake vježbe

Prije svake vježbe potrebno je dobro prou iti postupak izvo enja predvi enih eksperimenata, njihova teorijska na ela te svrhu njihova izvo enja. Potrebno je temeljito prou iti upute za izvo enje pojedinog eksperimenta, te mjere opreza koje se pri tome moraju poduzeti radi vlastite sigurnosti i sigurnosti ostalih studenata u laboratoriju. Ako postoje bilo kakve nejasno e vezane za izvo enje eksperimenta ili postoje nejasno e vezane za na ela na kojima se temelji eksperiment zamoliti voditelja vježbi da ih razjasni.

Sigurnost u izvo enju eksperimenta

Svrha prakti nog rada u laboratoriju je razvijati samostalnost i sve eksperimente, osim onih koji zahtijevaju grupni rad, izvoditi samostalno.

Kriti nost

Prije izvo enja eksperimenta prou iti sve što može utjecati na rezultate mjerena. Nakon završenog eksperimenta, razmisliti imaju li dobiveni rezultati smisla. Na temelju ste enih teorijskih znanja procijeniti u kojim granicama bi trebao biti rezultat i usporediti ga sa rezultatima vlastitog mjerena. Ako postoji sumnja u ispravnost dobivenih rezultata, u dogovoru s voditeljem vježbi ponovite eksperiment.

Organiziranost

Urednost, sistematicnost i isto a vrlo su važni tijekom izvo enja eksperimenta. Eksperiment ne e uspjeti i dati o ekivani rezultat ako se koristi prljavo laboratorijsko posu e i pribor. Ure aje ne uklju ivati prije odobrenja voditelja vježbi i njegove provjere da li su ure aji pravilno spojeni. Opažanja i rezultate eksperimenta bilježiti uredno, pregledno i logi kim slijedom.

Sudjelovanje u raspravi

Po završetku eksperimenta, raspraviti dobivene rezultate s ostalim studentima u grupi i s voditeljem vježbi te donijeti odgovarajući zaključak.

OSNOVNA PRAVILA PONAŠANJA U KEMIJSKOM LABORATORIJU

Radi izbjegavanja mogućih nezgoda u kemijskom laboratoriju treba poštivati osnovna pravila rada s opasnim tvarima i instrumentima:

1. U laboratorij nije dozvoljeno uvođenje stranih osoba.
2. Tijekom rada u laboratoriju obvezno je korištenje zaštitnih naočala sa sigurnosnim staklima.
3. Obvezno je nošenje radne odjeće (kute) i propisane zatvorene obuće.
4. U laboratoriju se ne smije pušiti, jesti niti piti.
5. Kemikalije se smiju pohranjivati samo u odgovarajućem ambalažu.
6. Boce s kemikalijama moraju biti propisno označene etiketom te oznaka prevedena na vodonepropusnom folijom.
7. Sve eksperimente s hlapljivim, otrovnim i eksplozivnim tvarima izvoditi u digestoru uz korištenje zaštitnih rukavica.
8. Ne smije se koristiti laboratorijsko staklo s kiselinama (na primjer krom-sulfatna kiselina) izvoditi u digestoru.
9. Upoznavanje s glavnim ventilima za dovod vode, struje i plina u laboratoriju.

PONAŠANJE U SLUČAJU NEZGODE

U slučaju nezgode, esto dolazi do panike što uveliko umanjuje sposobnost odlučivanja pri napuštanju ugroženog mesta. Stoga, treba se pridržavati osnovnih pravila pri nezgodi:

1. Što prije napustiti ugroženi prostor.
2. Evakuirati ozlijedene i pružiti im prvu pomoć.
3. Pozvati hitnu medicinsku službu, vatrogasce, policiju.
4. Ostati uz ozlijedene dok ne dođe hitna medicinska služba.

KAKO SE POZIVAJU SLUŽBE U NEZGODI

Hitne službe (medicinska, vatrogasci, policija) mogu se pozvati na jedinstveni broj 112. Pri pozivanju hitnih službi, radi njihovog što bržeg dolaska, treba postupati u skladu s dolje navedenim redoslijedom:

- reći tko zove,
- gdje se nezgoda dogodila,
- što se dogodilo,
- koliko je ozljednih,
- ekati dok hitna služba ne dođe.

1. TEORETSKI DIO

1.1. UVOD

Znanost o prehrani u posljednje vrijeme sve je više okrenuta prema preventivnom pristupu spreavanja bolesti izazvanih hranom i na inima prehrane. Iz tih razloga postoje brojne studije i prehrambeni vodi i koji služe kao pokazatelji koju hranu i kako ju pravilno konzumirati. Svi oni ukazuju na isto, a to je raznovrsna prehrana, te umjereno i esto konzumiranje namirnica. Sve više se savjetuje veća potrošnja svježeg voća i povrća proizvedenog prvenstveno organskim putem ili prema na elima integralne proizvodnje. Brojne studije su pokazale da se voće i povrće može svrstati u dijetetske proizvode i funkcionalnu hranu. Svježe voće i povrće ima relativno malu energetsku vrijednost, izuzimajući neke vrste (banane, kesten, orah, lješnjak, badem) i sušeno voće (suha šljiva, suha smokva, suho grožđe). Nasuprot tome, imaju visok sadržaj vode, izuzimajući orašasto i sušeno voće. Voće i povrće sadrži niz ostalih sastojaka koji su neophodni za pravilno i zdravo funkcioniranje ljudskog organizma. Temeljem svega navedenog, konzumiranje svježeg voća i povrća ima nezamjenjivu ulogu u prehrani.

Podatke o sastavu voća, povrća i prerađevina moguće je dobiti određivanjem mehaničkih i kemijskog sastava sirovine. Osnovni parametri kvalitete nalaze se u svim sirovinama samo su zastupljeni u različitoj količini. Svaka sirovina se sastoji od dijela vode i suhe tvari. U suhoj tvari sadržani su svi oni parametri koji daju prehrambenu vrijednost neke namirnice. Određivanjem tih parametara dobije se uvid u prehrambenu vrijednost namirnice, posebno njena energetska vrijednost, ali i njena kvaliteta ovisno o propisanim uvjetima u pravilniku koji mora zadovoljiti pojedina vrsta namirnice.

Skripta daje osnovni pregled procjene kvalitete neke sirovine. Osim određivanja osnovnog mehaničkog i kemijskog sastava, u skripti su opisane i pojedine specifične metode ovisno o vrsti potrebne analize (polarimetrija, refraktometrija, acidimetrija, destilacija i areometrija). Daje se uvid u niz analiza koje su specifične za tehnologiju prerade voća i povrća i važan su indikator uspješnosti provedenog postupka. Takođe se kvaliteta osušenog proizvoda provjeriti indeksom rehidracije. Prerada voća i povrća uključuje i pojam konzerviranja. Pri konzerviranju esti se koristi natrijev klorid, koji se prisutstvo u konzerviranoj sirovini mora odrediti. U preradi sirovine koristi se termini obrada koja za cilj ima smanjenje enzimske aktivnosti, odnosno produljenje vijeka trajanja namirnice. U skripti je opisan test za određivanje vremena potrebnog za termini obrade sirovine, a koji se provodi prije konzerviranja sušenjem, zamrzavanjem ili sterilizacijom. U skripti je analizirano i nekoliko prerađevina i poluprerađevina od voća i povrća te je tim vježbama dan uvid u tehnologiju prerade i o uvanje nutritivne kvalitete proizvoda.

1.2. ODRE IVANJE MEHANI KOG SASTAVA SIROVINE

Mehani ki sastav predstavlja osnovni uvjet za ekonomski isplativu proizvodnju, bez obzira na vrstu proizvoda. Mehani ki sastav predstavlja težinski odnos pojedinih dijelova, odnosno produktivnih dijelova koji se prera uje (kožica ili ljska, koštica, meso, peteljke, neupotrebljivi ili ošte eni dio ploda). U tehnologiji prerade razlikuju se dva elementa koji definiraju iskoristivost sirovine i to upotrebljivi i neupotrebljivi dio ili otpad. Pod otpadom se podrazumijeva sve ono što se u odre enom tehnološkom procesu u tom trenutku ne koristi. Odnos upotrebljivog i neupotrebljivog dijela izražava se u postocima (%) i predstavlja randman. Kako bi finansijska opravdanost neke proizvodnje i prerade bila što bolja, teži se prema što ve em randmanu, no on je posljedica proizvodnih uvjeta u polju, transportu od proizvodnog do prera iva kog objekta, skladištenja i hla enja svježeg vo a ili povr a, tehnici - tehnološka opremljenost prera iva kog objekta i na kraju, ne manje važna, su svojstva i odlike sorata vo a i povr a. Važno je odabrati dobar sortiment za preradu, kako bi u cijelokupnom procesu prerade otpada bilo što manje u cilju o uvanja okoliša te da se uz manji utrošak rada i energije dobije jeftiniji proizvod.

Tablica 1. Mehani ki sastav vo a (www.pbf.hr: Dragovi -Uzelac V., Sirovine za prehrambenu industriju, predavanje).

Vrsta vo a	Jestivi dio (%)				Otpadak (%)	
	Meso	Randman soka	Koštica (sjeme)	Pteljka	Kožica	Ukupan otpadak
Breskva	74-85	-	8-15	-	3-7	11-22
Grož e	77-86	75-84	4	3-8	6-11	10-23
Jabuka	85-92	60-80	-	-	10-23	20-25
Kruška	84-92	64-80	-	-	10-18	20-36
Limun	60-65	45-55	3	-	35	35-40
Marelica	82-88	-	8-15	-	6-8	14-23
Naran a	60-70	48-58	3	-	28-38	30-40
Trešnja	89-91	60-79	6-8	3	-	8-10

1.3. ODREĐIVANJE OSNOVNOG KEMIJSKOG SASTAVA SIROVINE

Kemijski sastav voća i povrća je sadržaj svih sastojaka koji se nalaze u sirovini, uključujući i količinu vode. Udio vode određuje se sušenjem odgovarajuće pripremljenog uzorka na određenoj temperaturi do konstantne mase. Iz razlike mase uzorka prije i poslije sušenja odredi se postotak vode, a razlika do 100 je postotak suhe tvari.

Udio suhe tvari definira kvalitetu sirovine i više vrijednosti predstavljaju veće udjele vitamina, mikro i makro elemenata, šeera, kiselina, pektina i drugih tvari. Kemijski sastav varira ovisno o vrsti, sorti, tlu, ekološkim faktorima, klimatskim uvjetima itd.

Tablica 2. Kemijski sastav nekih vrsta voća (u 100 grama svježeg) (www.pbf.hr: Jemrić, T., Agro-Food Production System-Voće arstvo, predavanje)

Vrsta voća	Suha tvar (%)	Kiseline (%)	pH	Vitamin C (mg)
Jabuka	13,80	0,51	3,5	4
Kruška	13,55	0,21	4,8	4
Šljiva	17,65	0,63	3,6	-
Breskva	14,50	0,85	3,6	7
Marelica	11,50	1,92	3,5	10
Trešnja	13,18	0,45	4,0	3
Višnja	15,35	1,25	3,3	5
Borovnica	12,50	0,88	3,4	14
Jagoda	9,25	0,84	3,5	20
Malina	12,15	1,95	3,30	9
Kupina	11,95	0,62	3,2	21
Crni ribiz	15,80	2,40	3,3	200
Naranča	10,95	0,88	3,50	50

1.4. POLARIMETRIJA

Polarimetrija se kao analitički postupak temelji na poznatoj pojavi polarizacije ili prevođenja prirodnog (nepolariziranog) svjetla u polarizirano, a s druge strane na poznatom svojstvu optički aktivnih tvari da zakreju ravninu polariziranog svjetla. Uz standardnu temperaturu i gustoću, kut zakretanja ravnine polariziranog svjetla je ne samo konstantan, nego i specifičan za svaku optički aktivnu tvar (specifična rotacija).

1.4.1. POLARIMETRI I NJIHOVA KONSTRUKCIJA

Postoje različiti tipovi polarimetara obzirom na njihovu izvedbu, prema kutu otklona (kutni polarimetri) i polarimetri prema specifičnoj rotaciji zakretanja ravnine polarizirane svjetlosti.

1.4.1.1. Analitička upotreba polarimetra

Analitička je upotreba polarimetara višestruka i ovisno o načinu konstrukcije u određenoj mjeri specifična.

Kod Venzkeova polarimetra specifičnost njegove upotrebe svodi se na podjelu skale (baždarenje) prema otopini iste saharoze, zbog čega se izravno može upotrebljavati samo za određivanje postotka saharoze. Na skali se očitaju Venzkeovi stupnjevi, a izračunavanje postotka saharoze ovisi o načinu pripreme otopine za uzorkovanje s obzirom na baždarne konstante.

1.5. REFRAKTOMETRIJA

Refraktometrija se kao analitički postupak temelji na poznatom fizikalnom zakonu loma (refrakcije) svjetla, prema kojem se zraka svjetla, prelaze i iz jedne prozirne tvari u drugu, lomi pod određenim kutom na razdjelnoj grani noj 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.

1.5.1. REFRAKTOMETRI I NJIHOVA KONSTRUKCIJA

Postoji nekoliko vrsta refraktometara, a od kojih je za izvođenje vježbi u ovom priručniku od najveće važnosti tzv. ručni refraktometar.

1.5.1.1. Ručni refraktometar

Baždaren je prema destiliranoj vodi na 20°C, prema kojoj mu je utvrđena 0 (nula) na skali za otopinu te prema otopini šećera (saharoze), prema kojoj mu je određen raspon skale za otopinu. Razdjelci na skali odgovaraju postotku šećera te su i označeni kao postotak i Brixovi stupnjevi.

1.5.1.2. Analitička upotreba refraktometra

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.

Topljiva suha tvar može se odrediti ručnim refraktometrom. Tako određena količina suhe tvari prividna je i izražava se kao vrijednost saharoze, a naziva se prividnim šećerom. Zbog jednostavnosti upotrebe ručni je refraktometar pogodan za određivanje šećera na proizvodnoj površini.

Laboratorijski refraktometar ima precizniju podjelu skale s mogućnošću u točnjeg određivanja.

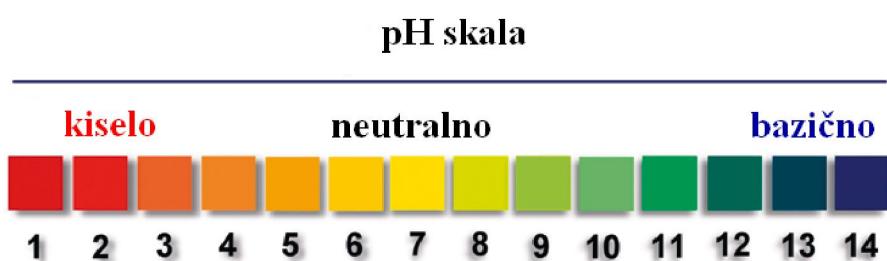
1.6. ACIDIMETRIJA

Acidimetrija je volumetrijska metoda koja se temelji na me usobnoj ekvimolarnoj reakciji ispitivane otopine kiseline i standardne otopine baze (otopine poznate koncentracije), pri emu dolazi do neutralizacije H^+ iona kiselina ispitivane teku ine i OH^- iona standardne lužine odre enog molariteta.

Za odre ivanje završne to ke titracije potrebni su odre eni indikatori. Klju an pojma acidimetrije je pH vrijednost. pH vrijednost je mjera kiselosti otopine. Definirana je kao negativni logaritam množinske koncentracije vodikovih (oksonijevih) iona.

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

U istoj vodi koncentracija obaju iona, odnosno oksonijevih i hidroksilnih, je jednaka i iznosi $1,0 \cdot 10^{-7}$ mol dm⁻³, što zna i da je takva otopina neutralna, pH takve otopine iznosi 7,0. U kiselim otopinama koncentracije vodikovih (oksonijevih) iona su ve e od $1,0 \cdot 10^{-7}$ mol dm⁻³, zna i da je pH vrijednost takve otopine manja od 7 ($pH < 7$). U bazi nim (lužnatim) otopinama koncentracija vodikovih iona je manja od koncentracije hidroksilnih iona te je pH ve i od 7 ($pH > 7$).



Slika 1. pH skala - raspon pH vrijednosti

1.6.1. INDIKATORI

Indikatori su prirodne tvari ili njihove otopine koje na uo ljav na in stupaju u odre enu kemijsku reakciju, omogu uju i time pra enje toka reakcije, odnosno odre ivanje njezina završetka.

Postoji nekoliko vrsta indikatora od kojih se najviše upotrebljavaju lakmus papir, metiloranž, fenolftalein i metilno-crvenilo.

1. Lakmus papir

U reakciji s kiselinama je crvene, a u reakciji s lužinama plave boje, priemu prijelaz iz jedne u drugu boju ukazuje na postizanje završne toke titracije. Promjena boje nastupa neposredno prije toke neutralizacije, kod pH 6,8. Komercijalno je dostupan u obliku papirnatih traka crvene ili plave boje.

2. Metil-oranž

Promjena boje indikatora nastupa u kiselom mediju, kod pH 4,8. Komercijalno je dostupan kao kruta tvar od koje treba napraviti indikatorsku otopinu otapanjem 0,1g indikatora u 100 mL vode. Za titraciju je dovoljno uzeti jednu do dvije kapi pripremljene otopine. Otopljeni metil-oranž je karakteristične crvene boje. Po svom je kemijskom karakteru kiselina. U kiselom mediju je crvene boje, dok prelaskom u bazi ni (lužnati) medij ovisno o pH-vrijednosti najprije poprima naranastu nijansu te naposlijetku žutu boju, koju ima u lužnatom mediju. Osjetljivost mu je veća nego kod lakmus papira, a služi za titraciju jakih (anorganskih) kiselina.

3. Fenolftalein

Promjena boje fenolftaleina nastupa u lužnatom mediju, kod pH 8,4. Komercijalno je dostupan kao bijela kruta tvar od koje se priprema indikatorska otopina otapanjem 0,1g indikatora u 100 mL 95%-tina etilnog alkohola (etanola). Po svome kemijskom karakteru fenolftalein je kiselina i u kiselom mediju je bezbojan, dok prelaskom kiselog u lužnati medij poprima crvenu boju, koja je u lužnatom mediju postojana. Osjetljivost mu je velika, a služi za titraciju slabih, uglavnom organskih kiselina.

4. Metil-crvenilo

Promjena boje metilnog-crvenila dolazi kod pH 5,8. Za pripremu indikatorske otopine najprije se 0,1 g dobro usitni u tarioniku, ispere i dopuni 95%-tima etanolom do 50 mL te filtrira. Filtrat se zatim 95%-tim etanolom dopuni do 100 mL. U lužnatom je mediju žute, a u kiselom crvene boje.

1.6.2. ANALITIKA UPOTREBA ACIDIMETRIJE

Acidimetrija se u analitici upotrebljava za kvantitativno određivanje kiselina, a analitički se rezultati kvantitativno izražavaju u postotcima (%) kiseline. Ako u ispitivanom materijalu ima više kvalitativno različitih kiselina, kao npr. u voćnim sokovima i njima sličnim proizvodima, rezultat se izražava kao ukupna kiselina u kolичini samo jedne od njih, rezultat se u tom slučaju izražava kao ekvivalent odabrane kiseline.

Postupak određivanja kiselina primjenom acidimetrije provodi se titracijom odmjerene volumena ispitivane otopine (u mililitrima) s odmjerenim volumenom standardne otopine poznatog molariteta (u mililitrima), uz indikator. Analitički se rezultat izražava u postotku (%), a uz to se ukupna kiselina može izraziti u gramima po litru [g/L]. Ukupna se kiselost može izraziti, kao što je uobičajeno, gramima kiseline u 100 g ili 100 mL proizvoda - množenjem dobivene vrijednosti odgovarajućim faktorom neke od kiselina koje su navedene u tablici 3. Odgovarajuće kiseline su:

- Jabučna kiselina - za proizvode od jabuke astog i koštice avogado
- Limunska kiselina - za proizvode od jagodastog i citrusa voća
- Vinska kiselina - za proizvode od grožđa
- Oksalna kiselina - za proizvode od špinata i kiseljaka
- Mlijekna kiselina - za biološki konzervirane proizvode
- Octena kiselina - za marinirane proizvode

Tablica 3. Primjeri kiselina sa pripadajućim faktorima (AOAC, 2002.)

Kiselina	Faktor
Octena	0,060
Mlijekna	0,090
Jabučna	0,067
Vinska	0,075
Limunska	0,070
Oksalna	0,045

1.7. DESTILACIJA

Destilacija je, u užem smislu laboratorijska ili industrijska metoda kojom se grijanjem iz neke vrste ili tekuće tvari izdvajaju pare koje se zatim kondenziraju u hladilu u tekućinu, destilat. Kada se govori o destilaciji, u pravilu se podrazumijeva operacija na tekući i radi potpunog ili djelomičnog razdvajanja njezinih sastojaka. Kad se destilaciji podvrgava otopina nehljaljive tvari u hlapljivoj tekućini, destilacijom se hlapljivi sastojak smjese može potpuno odvojiti od nehljaljivih sastojaka. Kad se isparava smjesa hlapljivih tekućina, razvijena para sadrži sve sastojke tekuće smjese, ali u pravilu u drugom omjeru, pa se zato destilacijom može dobiti destilat obogaćen isparljivijim sastojcima smjese. Pri destilaciji višekomponentne smjese mogu se, ako se odvojeno hvataju destilati koji prelaze u paru u različitim temperaturnim intervalima, dobiti frakcije destilata obogaćene pojedinim sastojcima i takva se destilacija naziva frakcijskom destilacijom.

Određivanje alkohola, odnosno određivanje jačine alkoholno prevrelih tekućina, moguće je provesti samo u njihovim destilatima. U tu svrhu treba prethodno predestilirati, da se dobije isti alkoholni destilat.

1.7.1. LABORATORIJSKI UREĐAJI ZA DESTILACIJU

Laboratorijska aparatura za destilaciju može biti različitih konstrukcija, ali uglavnom se sastoji od staklene tikvice u kojoj će se zagrijavati ispitivana otopina, hladila i posude (predložak) za sakupljanje destilata (slika 29).

Tikvica za destilaciju s ubrušenim grлом spoji se na hladilo, a sadržaj tikvice se zagrijava do određene temperature, odnosno dok ne dođe do isparavanja hlapljivih sastojaka. U tikvicu s uzorkom koji se destilira stave se i staklene kuglice koje imaju funkciju ubrzavanja vrenja, odnosno postizanja željene temperature u kratkom vremenu.

Hladilo može biti ili uređaji posebne konstrukcije ili u tu svrhu služi Liebigovo hladilo. U hladilo su ugrađene staklene cijevi s ovalnim proširenjem radi boljeg hlađenja. Gornjim je krajem hladilo spojeno s tikvicom, dok kroz donji kraj izlazi destilat. Bez obzira na razliku u konstrukciji, svi uređaji za destilaciju moraju biti napravljeni po principu tzv. protusmernog strujanja vode i vrućih destilacijskih para.

1.8. AREOMETRIJA

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

1.8.1. AREOMETRI I NJIHOVA KONSTRUKCIJA

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

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 izvedeni i produljeni dio, koji se naziva vrat areometra i u koji je ugrađena skala za očitavanje te označka konstrukcijskog tipa i temperatura baždarenja.

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 označena. Sva daljnja ispitivanja moraju se provoditi pri temperaturi na koju je skala baždarena.

Premda gustoća i ispitivane otopine određuju se položaj 0 (nula) na skali. Kod areometara namijenjenih ispitivanju otopina specifične težih od vode, 0 (nula) se mora nalaziti na gornjem, a kod onih namijenjenih ispitivanju otopina specifične lakših od vode, na donjem dijelu skale.

S obzirom na tip konstrukcije i svrhu upotrebe postoji nekoliko vrsta areometara:

1. Brix ili Brixov saharimetar

Baždaren je prema otopini iste saharoze, tako da je uronjen, primjerice u 30%-tunu šeernu otopinu na temperaturi od 17,5°C. Razdjelci podjele skale odgovaraju Brixovim stupnjevima ($^{\circ}\text{Brix}$) ili, ukratko, Brixu. Jedan stupanj Brix-a ($^{\circ}\text{Brix}$) odgovara jednom gramu saharoze (1 g) u 100 grama otopine i na taj način predstavlja snagu otopine izraženu kao postotak mase (%w/w).

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 ($^{\circ}\text{Blg}$) ili, ukratko, Ballingu. Ima definicija ista kao i za Brixove stupnjeve.

3. 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).

4. Alkoholometar

Baždaren je prema mješavini vode i alkohola (etanol), a baždarna mu je temperatura 15°C. Razdjelci podjele skale odgovaraju volumnom postotku alkohola (vol.%).

1.8.2. ANALITIKA UPOTREBA AREOMETARA

Areometri mogu služiti za različita analitička ispitivanja, od kojih su najvažnija:

1.8.2.1. Određivanje gustoće

Određuje se gustoća raznih otopina, komina i slično. Pri tome se gustoća izražava u odgovarajućim areometarskim stupnjevima, npr. za proizvodnju etanola pripremljena komina treba imati gustoću u od 18 do 20 $^{\circ}\text{Blg}$, i radi provjere tog zahtjeva dovoljno joj je odrediti Ballingovu gustoću. Kod otopina soli za salamurenje mesa traženu je gustoću u dovoljno provjeriti ispitivanjem pomoći u Bomea.

1.8.2.2. Odre ivanje kvantitativnog sastava

Odre uje se koli ina še era ili soli u otopinama še era, odnosno soli, koli ine alkohola u alkoholnim destilatima i sli no, sve izraženo u masenim ili volumnim udjelima. Odre ivanje može biti izravno i neizravno, ovisno o konstrukcijskom tipu areometra. Izravno odre ivanje odnosi se na odre ivanje onog sastojka prema kojem je baždaren areometar. Neizravno odre ivanje kvantitativnog sastava odnosi se na odre ivanje sastojka razli itog od onog prema kojem je baždaren areometar. Za to odre ivanje potrebne su tablice, u kojima je uz areometarski stupanj ozna en i pripadni postotak traženog sastojka.

2. PRAKTI NI DIO

2.1. ODRE IVANJE MEHANI KOG SASTAVA SIROVINE

Pincip odre ivanja:

U tehnologiji prerade razlikuju se dva elementa koji definiraju iskoristivost sirovine i to upotrebljivi i neupotrebljivi dio ili otpad. Pod otpadom se podrazumijeva sve ono što se u odre enom tehnološkom procesu u tom trenutku ne koristi. Odnos korisnog i nekorisnog dijela izražava se u % i predstavlja randman.

Aparatura i pribor:

- kuhinjski nož,
- plasti ni tanjuri ,
- podložak,
- tehni ka vaga.



Slika 1. Tehni ka vaga

Postupak odre ivanja:

Vagnuti cijeli plod jabuke. Kuhinjskim nožem odstraniti eventualna ošte enja na uzorku jabuke, oguliti kožicu te je izvagati na tehni koj vagi. Zatim jabuci nožem odstraniti peteljku i cijelu sjemenu ložu zajedno s košticama tako da ostanu iste mesne polutke. Posebno izvagati kompletну odstranjenu sjemenu ložu i mesne polutke. Podaci koje treba prikupiti tijekom iš enja ploda jabuke su sljede i:

$$m \text{ (cijelog ploda jabuke)} =$$

$$m \text{ (kožice jabuke)} =$$

$$m \text{ (peteljka+sjemena loža+koštice)} =$$

$$m \text{ (mesne polutke)} =$$

Zadatak:

Izrađeni unati iskoristivost sirovine! Izrađeni unati udio otpada u sirovini!

Rađen:

$$\text{iskoristivost (\%)} = \frac{m(\text{mesnih polutka})}{m(\text{cijelog ploda})} \cdot 100$$

$$\text{udio otpada (\%)} = \frac{m(\text{otpada})}{m(\text{cijelog ploda})} \cdot 100$$

2.2. ODRE IVANJE OSNOVNOG KEMIJSKOG SASTAVA SIROVINE

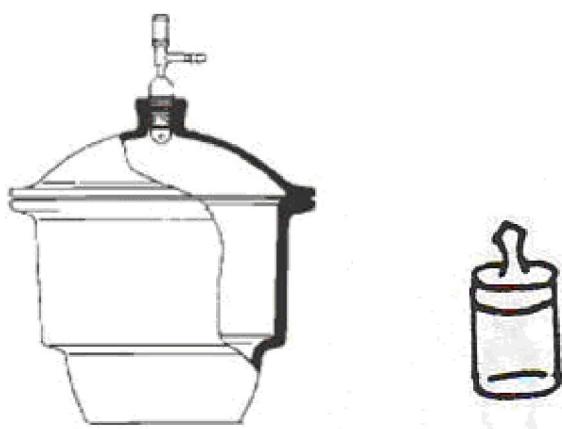
2.2.1. ODRE IVANJE UKUPNE SUHE TVARI SUŠENJEM NA 105°C

Princip odre ivanja:

Ukupnu suhu tvar ini cjelokupni sadržaj tvari iz sastava proizvoda, koja ne isparava pod definiranim uvjetima. Ovisno o sastavu proizvoda, za odre ivanje ukupne suhe tvari primjenjuju se tri postupka sušenja: sušenje na 105°C, sušenje u vakuumu i destilacija. Sušenjem pri 105°C odre uje se ostatak uzorka nakon sušenja do konstantne mase.

Aparatura i pribor:

- laboratorijski sušionik,
- eksikator sa sredstvom za sušenje,
- staklene posudice,
- analiti ka vaga,
- stakleni štapi odgovaraju e duljine ovisno o veli ini posudice,
- kvarcni pijesak.



Slika 2. Eksikator

Slika 3. Staklena posudica

Postupak određivanja:

U suhu i izvaganu staklenu posudicu s poklopcom (slika 3) stavi se oko 5 g kvarcnog pijeska i stakleni štapi. U izvaganu posudicu s kvarcnim pijeskom stavi se oko 2,5 g pripremljenog uzorka, koji se dobro izmiješa staklenim štapijem i sve zajedno izvaže.

Staklena posudica u kojoj se nalazi kvarjni 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 poklopcom. Nakon tih enja 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.

Razlaga:

$$\text{Suha tvar (\%)} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \cdot 100$$

Gdje je:

m_0 (g) - masa posudice i pomoćnog materijala (kvarjni pijesak, stakleni štapi, poklopac)

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

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

2.2.2. ODRE IVANJE TOPLJIVE SUHE TVARI

Princip odre ivanja:

Odre ivanje se bazira na o itavanju topljive suhe tvari izravno na ljestvici refraktometra.

Aparatura i pribor:

- stakleni štapi ,
- refraktometar.



Slika 4. Optički refraktometar

Postupak odre ivanja:

Na po etku rada refraktometar se baždari pomo u destilirane vode pri sobnoj temperaturi. Pomo u staklenog štapi a dio uzorka stavi se na donju u vršenu prizmu refraktometra. Poklopi se prozirnim poklopcem i usmjeri prema izvoru svjetla. Izvor svjetlosti se postavi tako da dobro osvijetli vidno polje. Topljiva suha tvar direktno se o ita na ljestvici refraktometra.

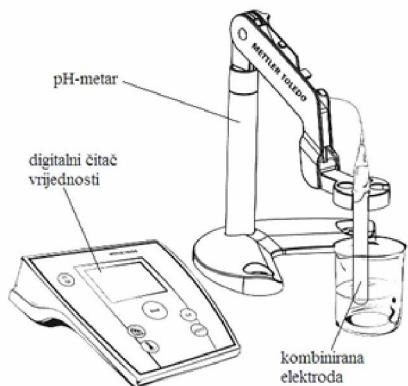
2.2.3. ODRE IVANJE pH VRIJEDNOSTI

Princip odre ivanja:

Mjerenje pH vrijednosti vrši se na pH-metru uranjanjem kombinirane elektrode u homogenizirani uzorak i o itavanjem vrijednosti.

Aparatura i pribor:

- aša volumena 25 mL,
- magnet za miješanje,
- magnetska miješalica,
- pH-metar,
- analiti ka vaga



Slika 5. pH metar

Priprema uzorka:

Uzorci koji se lako filtriraju najprije se profiltriraju kako bi se uklonile balastne tvari, a zatim slijedi postupak odre ivanja pH-vrijednosti (slika 5). Uzorci koji se ne mogu profiltrirati (marmelade, džemovi), odvagnu se u ašu, razrijede destiliranom vodom u omjeru 1:1, homogeniziraju na magnetskoj miješalici, a potom slijedi postupak odre ivanja pH-vrijednosti.

Postupak odre ivanja:

Prije mjerenja pH-metar je potrebno baždariti puferskom otopinom poznate pH vrijednosti kod sobne temperature. pH vrijednost odre uje se uranjanjem elektrode u ispitivani uzorak.

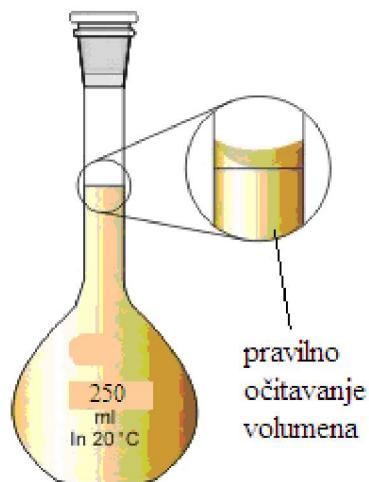
2.2.4. ODRE IVANJE UKUPNE KISELOSTI

Princip odre ivanja:

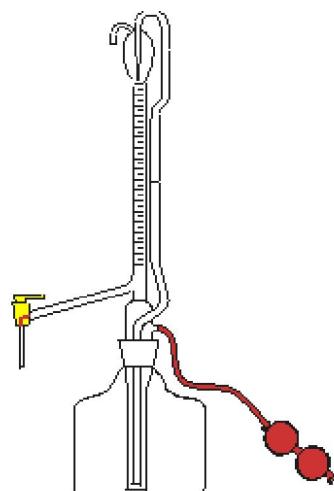
Ova se metoda temelji na potenciometrijskoj titraciji otopinom natrijevog hidroksida. Primjenjuje se za odre ivanje ukupne kiselosti u vo u i povr u i proizvodima od vo a i povr a.

Aparatura i pribor:

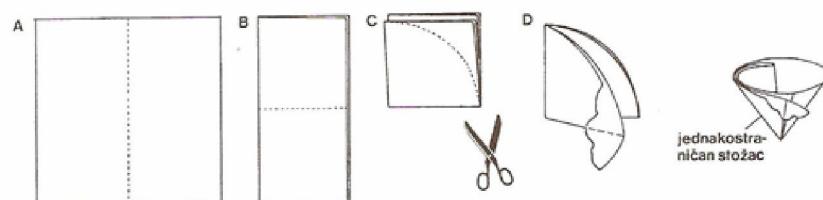
- graduirana pipeta, volumena 25 i 100 mL,
- odmjerna tirkvica, volumena 250 mL,
- analiti ka vaga,
- potenciometar sa staklenom elektrodom,
- automatska bireta,
- filter papir.



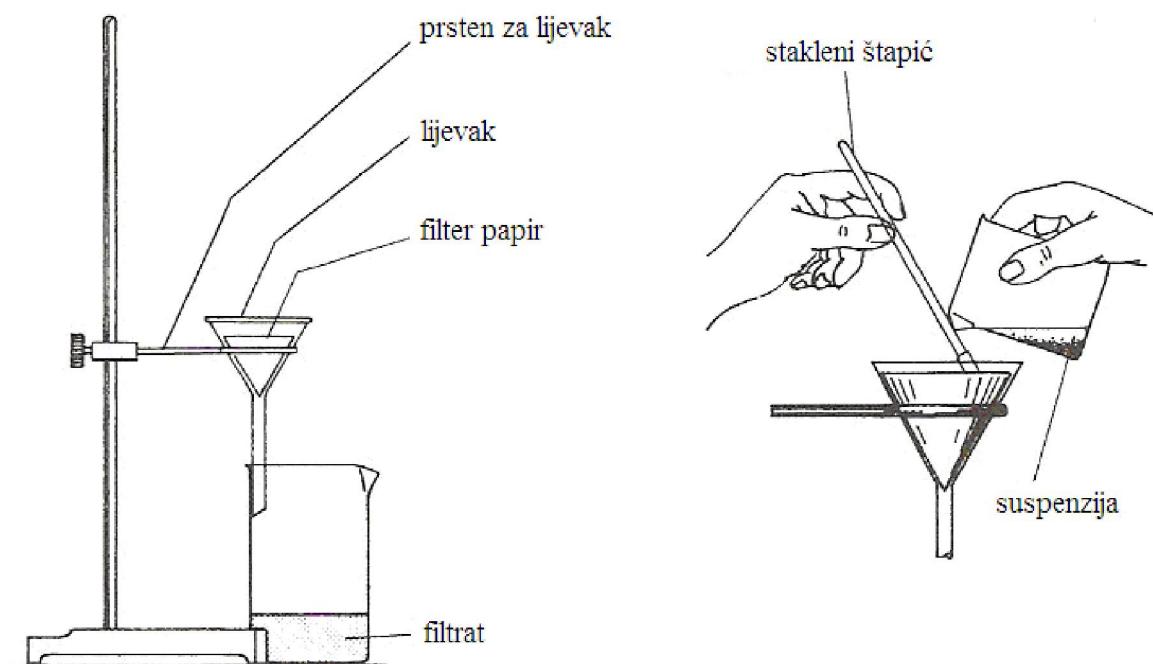
Slika 6. Odmjerna tirkvica volumena 250 mL



Slika 7. Automatska bireta



Slika 8. Priprema jednostavnog filter papira



Slika 9. Filtracija: pribor i postupak

Reagensi:

- otopina natrijevog hidroskida $c = 0,1 \text{ mol/L}$,
- puferna otopina poznatog pH.

Priprema uzorka:

Uzorak se homogenizira i odvagne se 20 g, te se prenese u odmjernu tikvicu volumena 200 mL, tikvica se dopuni do oznake destiliranom vodom i njezin se sadržaj dobro promu ka i profiltrira (slika 9). pH-metar se baždari pomo u standardne puferne otopine. Ovisno o o ekivanoj kiselosti otpipetira se 20 mL pripremljenog uzorka i prenese u ašu u koju se prethodno stavi magneti koji će pospiješiti miješanje sadržaja. Miješalica se pusti u rad, a zatim iz birete brzo dodaje otopina natrijevog hidroksida dok se ne postigne pH oko 7. Tada se dodavanje uspori do pH $8,1 \pm 0,2$.

Uzorak se analizira u najmanje dva ponavljanja.

Zadatak:

Odrediti ukupnu kiselost uzorka (izraženu u postocima).

Ra un:

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

Gdje je:

- V (mL) - volumen otopine NaOH utrošene pri titraciji,
- F* - faktor otopine NaOH $c = 0,1 \text{ mol/L}$,
- G (g/mL) - faktor najzastupljenije kiseline u uzorku (prema tablici 3),
- D (g) - masa uzorka u 25 mL razrije enog homogeniziranog uzorka.

*** Određivanje faktora otopine natrijevog hidroksida:**

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

2.2.5. ODRE IVANJE L-ASKORBINSKE KISELINE (VITAMIN C)

Princip odre ivanja:

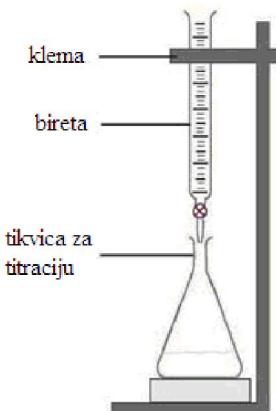
2,6-diklorfenolindofenol oksidira L-askorbinsku kiselinu u dehidroksiaskorbinsku kiselinu, dok boja reagensa ne prije e u bezbojnu leukobazu, pa služi istovremeno i kao indikator ove redoks reakcije. Ova se metoda primjenjuje za odre ivanje askorbinske kiseline u proizvodima od vo a i povr a.

Aparatura i pribor:

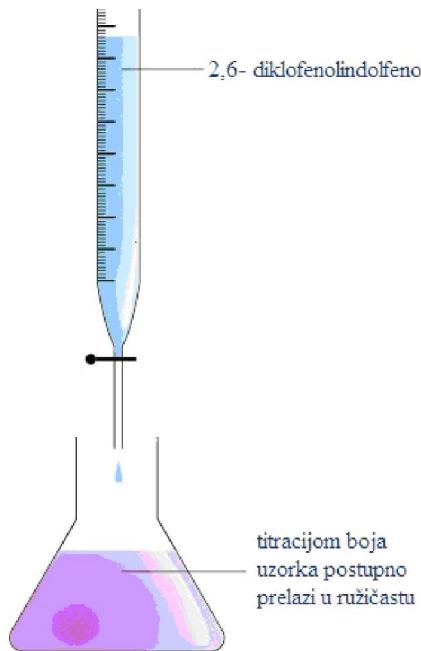
- homogenizator,
- analiti ka vaga,
- odmjerna tikvica volumena 100 mL,
- aše volumena 100 mL,
- bireta 50 mL.

Reagensi:

- 2,6-diklorfenolindofenol.



Slika 10. Aparatura za titraciju



Slika 11. Titracija za određivanje askorbinske kiseline

Priprema uzorka:

Na odmjernu tikvicu od 100 mL postavi se lijevak te se preko njega u tikvicu izvaze 10 g uzorka na tehni koj 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 određivanja:

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

Ra un:

$$\text{Vitamin C (mg/100g)} = \frac{V \cdot F}{D} \cdot 100$$

Gdje je:

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

***Odre ivanje faktora otopine 2,6-diklorfenolindofenola:**

Za odre ivanje faktora otopine 2,6-diklorfenolindofenola potrebno je napraviti otopinu askorbinske kiseline koja će se titrirati s otopinom 2,6-diklorfenolindofenola. Prema oitanom volumenu potrebnog 2,6-diklorfenolindofenola izrauna se faktor te otopine. U odmjernu tikvicu od 50 mL na analiti koji vazi odvagne 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 titriра s otopinom 2,6-diklorfenolindofenola do pojave ružičaste boje koja mora biti postojana. Iz podatka utrošenog volumena otopine 2,6-diklorfenolindofenola potrebnog za titraciju odreune mase askorbinske kiseline izrauna se faktor otopine 2,6-diklorfenolindofenola.

2.2.6. ODRE IVANJE NATRIJEVOG KLORIDA STANDARDNOM METODOM ZAVO E I POVR E

Priprema uzorka:

Uzorak se homogenizira i odvagne se 20 g te se prenese u odmjernu tikvicu volumena 200 mL, tikvica se dopuni do oznake destiliranom vodom i njezin se sadržaj dobro promu ka i profiltrira. Otpipetira se 10 mL filtrata u porculansku zdjelicu, doda 2 mL K_2CrO_4 (kalijevog kromata) i titira s otopinom srebrova nitrata $c=0,1$ mol/L poznatog faktora do promjene boje u crvenkasto-sme u.

Reagensi i pribor:

- kalijev kromat (K_2CrO_4),
- otopina srebrova nitarata $c= 0,1$ mol/L ($AgNO_3$),
- odmjerna tikvica od 200 mL,
- porculanska zdjelica,
- stakleni štapi .



Slika 12. Stakleni štapi i porculanska zdjelica

Ra un:

$$\% \text{NaCl} = \frac{(a \cdot F \cdot 0,005846 \cdot 100)}{m}$$

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:**

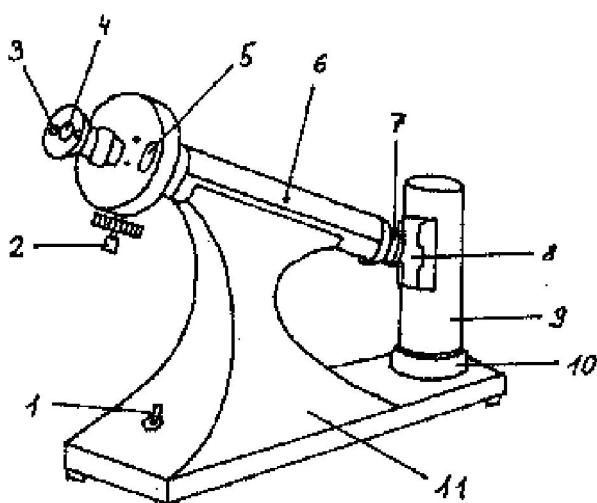
Za pripremu otopine srebrova nitrata $c= 0,1 \text{ mol/L}$ koristi se volumetrijski standard srebrova nitrata $0,1 \text{ mol/L}$ iji je faktor jednako 1 ($F=1,0000$).

2.3. ANALIZA ŠE ERA

isto a še era

Pod isto om še era podrazumijeva se koli ina saharoze u suhoj tvari še era.

Še er koji se upotrebljava u prera iva koj industriji mora imati najmanje 99,5% saharoze, odnosno isto u 99,5. Ako je isto a manja, smatra se da takav še er nije pogodan za preradu vo nih proizvoda jer sadrži previše nešte rnih tvari koje smanjuju kakvo u prera evina. isto a še era odre uje se polarimetrijski.



Dijelovi polarimetra:

1. prekida ,
2. vijak,
3. pove alo,
4. okular,
5. skala i mjerilo,
6. prostor za kivetu,
7. polarizator,
8. staklo filter,
9. komora za svjetiljku,
10. obujmica svetiljke,
11. postolje polarimetra.

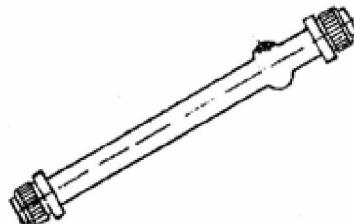
Slika 10. Polarimetar

Postupak odre ivanja isto e še era:

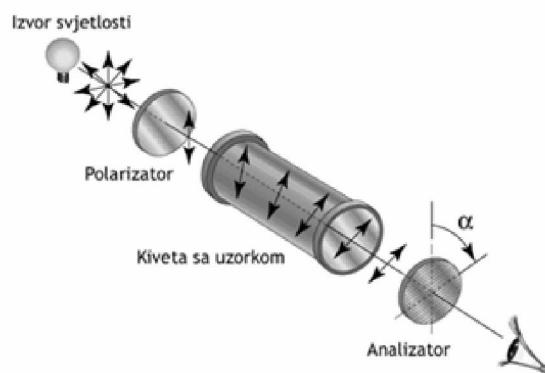
U porculansku zdjelicu poznate mase stavi se uzorak še era (najviše 2-3 g) i vagne na laboratorijskoj vagi. U zdjelicu se zatim doda 50 mL vru e destilirane vode, i miješanjem staklenim štapi em otopi se uzorak. Še erna otopina iz zdjelice kvantitativno se prenese u odmjernu tikvicu od 100 mL. Sadržaj tikvice se ohladi i nadopuni destiliranom vodom do oznake uz stalno mu kanje tikvice tijekom punjenja.

Otopina iz tikvice se zatim profiltrira kroz filter-papir, a dobiveni filtrat se stavi u cijev polarimetra po Venzkeu (slika 14) te se na skali o itavaju Venzkeovi stupnjevi. Skala Venzkeovog polarimetra izra ena je prema 26%-tnoj otopini iste saharoze tako da je 26 g saharoze otopljeno u toliko vode da se dobije ukupni volumen otopine od 100 mL.

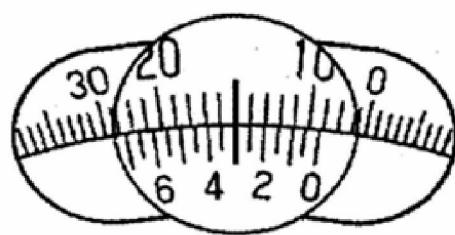
Takva otopina polarizirana je u cijevi duljine 200 mm, a kut otaljka ravnine polariziranog svjetla odgovara 100 Ventzkeovih stupnjeva. Odatle stupnjevi Ventzkea pomnože se s faktorom 0,26 (faktor za saharozu po Ventzkeu) i uzimaju i u obzir masu uzorka, dobije se postotak saharoze u ispitivanom uzorku.



Slika 14. Cijev polarimetra u koju se stavlja uzorak (kiveta)



Slika 15. Prikaz polarizacije svjetlosti, odnosno provo enje difuznog svjetla u polarizirano



Slika 16. Pomi na skala polarimetra za o itanje stupnjeva po Ventzkeu

Zadatak:

Izrađunati maseni udio saharoze u uzorku, odnosno utvrditi isto u ispitivanog uzorka. Uzrađunati uzeti podatak da u šeđeru nema vode, odnosno suha tvar uzorka je 100% (ako nije prethodno utvrđena).

Rađen:

$$\% \text{ saharoze} = \frac{a \cdot 0,26}{b} \cdot 100$$

Gdje je:

- a - očitani stupnjevi Venzkea na polarimetru,
- b - masa šeđera na početku pokusa.

2.4. ANALIZA SUHOG VO A I POVR A - INDEKS REHIDRACIJE

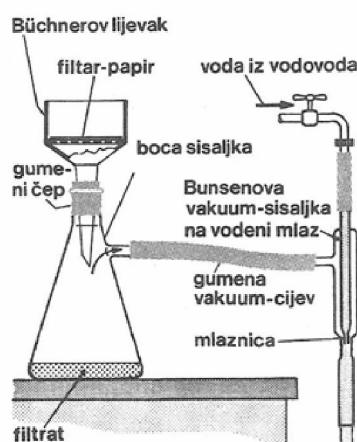
Indeks rehidracije ispituje se u osušenim proizvodima da bi se provjerila kvaliteta postupka osušenog proizvoda.

Aparatura i pribor:

- tehni ka vaga,
- osušeni proizvod,
- destilirana voda,
- laboratorijske aše,
- filter papir,
- Büchnerov lijevak,
- vakuum sisaljka.



Slika 17. Büchnerov lijevak



Slika 18. Aparatura za vakuum filtraciju preko Büchnerovog lijevka

Postupak određivanja:

Usitniti dio osušenog uzorka i odvagnuti 2,0000 g u ašu od 100 mL na analiti koji vagi. Uzorak u aši preliti s 50 mL destilirane vode i ostaviti stajati poklopljeno preko noći.

Odvagnuti praznu ašu (100 mL) i prazan Büchnerov lijevak.

Zatim se Büchnerov lijevak stavi u vakuum bocu i na dno lijevka uloži filter-papir veličine dna tog lijevka. Nabubreni uzorka iz aše kvantitativno se prenese na filter-papir u lijevku i ostavi se filtrirati točno 3 minute. Zatim se uključi vodena vakuum sisaljka i pod vakuumom ostavi filtrirati točno 2 minute (slika 18). Tada se isključi vakuum i Büchnerov se lijevak stavi u ašu poznate mase. Na tehni koji vagi vagne se lijevak zajedno sa ašom i uzorkom. U toku vaganja lijevak neka bude neprekidno u aši da se dio tekućine iz lijevka koji kaplje ne gubi.

Nakon vaganja iz lijevka se izvadi vlažan filter-papir, očisti ga se od dijelova uzorka i odmah vagne (prije nego se po nekom sušiti), masu filter-papira treba oduzeti od cijelokupne mase kako bi se dobila masa nabubrelog voća i povrća.

Racun:

$$\text{IR} = \frac{m(\text{nabubrelog uzorka})}{m(\text{suhog uzorka})} \cdot 100$$

2.4.1. KVALITATIVNO DOKAZIVANJE Natrijevo klorida u konzerviranom povrću

U kušalicu se stavi 5 mL 2%-tne otopine AgNO_3 . U tu se otopinu doda mali komad nabubrelog povrća ili 1 mL tekućine u kojoj je to povrće bubrilo.

Ako se u kušalici stvori bijeli talog, koji na svjetlu poslije potamni, to je kvalitativni dokaz da je povrće konzervirano kuhinjskom soli.

2.5. KVALITATIVNO ODRE IVANJE PEROKSIDAZE U POVR U

Ovaj test koristi se za odre ivanje vremena potrebnog za termi ku obradu sirovine, koja se provodi prije konzerviranja sušenjem, zamrzavanjem ili sterilizacijom.

Vrijeme blanširanja mora biti odre eno vrlo to no za svaku vrstu (sortu) posebno, kako bi se odredili optimalni uvjeti inaktivacije enzima (temperatura i vrijeme). Ovo je važno iz razloga jer se dužim izlaganjem svježe sirovine povišenim temperaturama gube nutritivno vrijedni sastojci, a ukoliko enzimi vo a i povr a kao što su npr. polifenol oksidaza i peroksidaza nisu inaktivirani tako er mogu uzrokovati nepoželjne promjene na vo u i povr i. esto se provode testovi na enzim peroksidazu budu i je to jedan od najotpornijih enzima.

Trajanje blanširanja može se odrediti kvantitativnim i kvalitativnim testovima. Ovdje se sirovina testira odre ivanjem aktivnosti enzima peroksidaze.

Reagensi i pribor:

- 0,5%-tna alkoholna otopina gvajakola,
- 1,0%-tni vodikov peroksid (H_2O_2),
- plamenik, tronog i mrežica,
- pipete od 1 mL,
- kušalica od 18 mm,
- termometar.

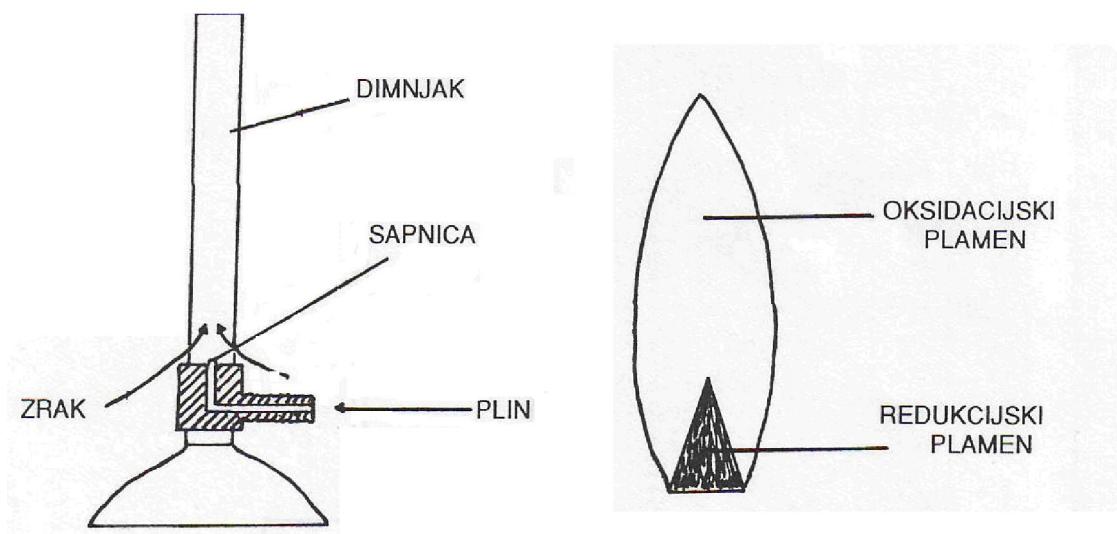
Aparatura:



Slika 19. Tronog s glinenim trokutom



Slika 20. Kolut klema obi na klema



Slika 21. Bunsenov plamenik

Zadatak:

Odrediti vrijeme blanširanja uzorka pripremljene sirovine.

Postupak određivanja peroksidaze:

Uzorak voća ili povrća izreže se na sitnije kockice, vagne se 5,00 grama i stavi u metalnu mrežicu te se sve zajedno uloži u vodenu kupelj (95-100°C). Zapornim satom se kontrolira vrijeme proteklo od uronjenja uzorka u kupelj. Test počinje kada im vremenom blanširanja (npr. 15 sek). Nakon blanširanja metalna mrežica se uroni u hladnu vodu. Ohlađeni uzorak prenese se u kušalicu. Doda se 15 mL destilirane vode, 1 mL gvajakola i 1 mL H₂O₂ (vodikov peroksid). Po dodatku H₂O₂ odmah se uključuje zaporni sat i mjeri vrijeme proteklo do pojave smeđeg obojenja sirovine.

Ako je obojenje nastalo prije 3,5 min to se oznaava kao pozitivna reakcija, odnosno to zna i da je peroksidaza još aktivna (nakon blanširanja od 15 sek.) pa se stoga vrijeme blanširanja mora produžiti (test s 30 sek.). Cijeli postupak treba ponoviti s produženim vremenom blanširanja dok se testom na peroksidazu ne utvrdi negativna reakcija, odnosno da u uzorku više nema peroksidaze.

Rezultati:

Vrijeme blanširanja potrebno za uklanjanje peroksidaze iz uzorka sirovine iznosilo je:

_____.

2.6. ANALIZA MARMELADE

2.6.1. ODRE IVANJE U VODI NETOPLJIVIH TVARI

U ašu 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 22). Zatim se mješavina ohladi 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 analitički vagi. Filtrat treba sa uvati za daljnje određivanje ukupnih kiselina i u vodi topljivih tvari.



Slika 22. Grijanje uzorka razrijeđenog destiliranom vodom do vrenja

Razlaga:

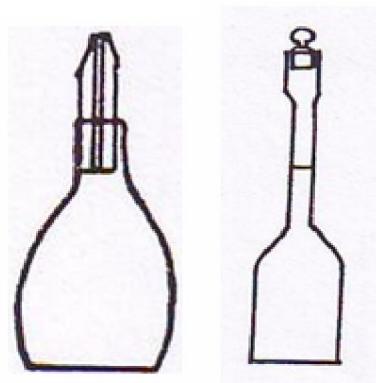
$$\% \text{ netopljive suhe tvari} = \frac{(c - b)}{a} \cdot 100$$

Gdje je:

- a - masa uzorka za analizu,
- b - masa filter-papira
- c - masa filter-papira s talogom

2.6.2. ODRE IVANJE U VODI TOPLJIVIH TVARI

Tvari topljive u vodi odre uju se piknometrijski u filtratu. Najprije se odredi gusto a uzorka i to u odnosu na gusto u vode kod odre ene temperature. Piknometar se baždari s destiliranom vodom na odre enoj temperaturi i izvaže na analiti koj vagi. Piknometar se napuni s ispitivanim uzorkom te se temperira u vodenoj kupelji na odre enoj temperaturi 20 minuta. Nakon baždarenja u kupelji pomo u kapaljke odstrani se višak uzorka (do oznake na piknometru) i izvadi iz vodene kupelji. Prije samog vaganja na analiti koj vagi piknometar se temperira na sobnoj temperaturi 10 minuta. Od mase piknometra napunjenog uzorkom oduzme se masa praznog piknometra i rezultat podijeli s masom vode pri temperaturi baždarenja. U tablicama za gusto u še era potraže se dobivene vrijednosti i u koloni % še era o ita se koli ina še era. Ve ina topljive suhe tvari uzorka ine ugljikohidrati te se zato i gusto a prera unava preko še era.



Slika 23. Piknometri

2.6.3. UKUPNA SUHA TVAR MARMELADE

Sadržaj ukupne suhe tvari može se odrediti i iz podataka o sadržaju u vodi topljivih i netopljivih tvari. Dobiveni podaci za topljivu suhu tvar i netopljivu suhu tvar zbroje se i dobije se podatak za ukupnu suhu tvar.

2.6.4. KOLI INA UKUPNIH KISELINA

Odpipetira se 50 mL filtrata u Erlenmayer tikvicu i titrira s otopinom NaOH $c= 0,1 \text{ mol/L}$, uz lakmus papir kao indikator. Sadržaj ukupnih kiselina izražava se kao jaboljni faktor u ovom slučaju iznosi 0,0067 jer se otopina titrira s 0,1 mol/L NaOH, odnosno razrijeđenom otopinom lužine.

Račun:

$$\% \text{ ukupnih kiselina} = \frac{A \cdot F \cdot 0,0067 \cdot 100}{D}$$

Gdje je:

- A - utrošak lužine (mL),
- F - faktor otopine natrijevog hidroksida $c= 0,1 \text{ mol/L}$,
- D - masa uzorka u titriranoj tekućini (g).

2.7. ANALIZA KONCENTRATA OD RAJ ICE (pire od raj ice)

Postupak odre ivanja:

U zdjelicu poznate mase vagne se 10 g uzorka, razrijedi vodom i kvantitativno prenese u odmjernu tikvicu od 200 mL. Tikvicu se nadopuni vodom do oznake, promiješa sadržaj i filtrira. Filtrat se poslije koristi za odre ivanje koli ine natrijevog klorida, suhe tvari i ukupnih kiselina.

2.7.1. KVANTITATIVNO ODRE IVANJE NATRIJEVOG KLORIDA

Otpipetira se 30 mL filtrata u odmjernu tikvicu od 100 mL, doda 30 mL otopine AgNO_3 $c = 0,1 \text{ mol/L}$, mješavina se dobro promu ka i tikvicu se dopuni destiliranim vodom do oznake.

Otopina se filtrira kroz naborani filter-papir. Prvih 10 mL filtrata se baci te se nastavlja filtriranje. Od dobivenog filtrata otpipetira se 50 mL u porculansku zdjelicu, doda 5 mL 25%-tne otopine HNO_3 i 5 mL zasi ene otopine amonij željezo (II) sulfata, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, i titrira s otopinom amonijevog rodanida $(\text{NH}_4\text{SCN}) c = 0,1 \text{ mol/L}$ do pojave crvene boje. Tijekom titracije otopinu u zdjelici treba neprekidno miješati.

$$\% \text{NaCl} = \frac{[(A - 2B) \cdot 0,005844 \cdot 100]}{D}$$

$$D = \frac{\text{masa uzorka (g)} \cdot \text{volumen otpipetiranog filtrata (mL)}}{\text{ukupni volumen otopine (mL)}}$$

Gdje je:

- A - (mL) $\text{AgNO}_3 \times F^*$
- B - (mL) $\text{NH}_4\text{SCN} \times F^*$

***Odre ivanje faktora otopine srebrova nitrata i faktora otopine amonijeva rodanida:**

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

2.7.2. ODRE IVANJE SUHE TVARI U PIREU OD RAJ ICE

Na udubljenu plohu refraktometra stavi se nekoliko kapi filtrata, na skali se o ita postotak tvari u uzorku i dobivena vrijednost pomnoži se faktorom razrje enja otopine.

2.7.3. ODRE IVANJE UKUPNIH KISELINA U PIREU OD RAJ ICE

20 mL filtrata otpipetira se u Erlenmayer tikvicu od 100 mL, u tikvicu se ubaci komadi crvenog laksus papira i titrira s otopinom NaOH $c= 0,1 \text{ mol/L}$ dok indikator papir poplavi od prve suvišne kapi lužine. Ukupne kiseline se izražavaju prema jabu noj iji faktor u ovom slu aju iznosi 0,0067 jer se otopina titrira s 0,1 mol/L NaOH, odnosno razrije enom otopinom lužine.

$$\% \text{ kiseline (kao jabucna)} = E \cdot F \cdot 0,0067 \cdot 100$$

Gdje je:

- E - utrošak otopine NaOH $c=0,1 \text{ mol/L}$,
- F - faktor otopine NaOH $c=0,1 \text{ mol/L}$.

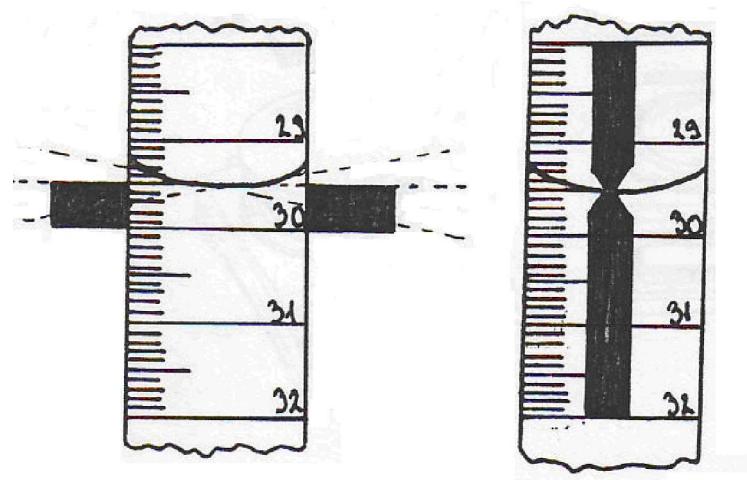
2.8. PRIPREMA POLUPRERA EVINA VO NE PULPE I VO NE KAŠE (MARK)

Vo na pulpa i vo na kaša, eš e nazivana mark, jesu poluprera evine. Pripremaju se iz svježeg vo a tako da mu se dodaju kemijski konzervansi. U pulpi se vo e nalazi u obliku itavih plodova (dijelovi rezani u kriške). Tako se ve po izgledu pulpe može vidjeti od kojeg je vo a pulpa pripremljena. U vo noj kaši ili marku vo e je potpuno usitnjeno, pa se ne vide dijelovi ploda.

Obje poluprera evine se naj eš e konzerviraju sulfitnom ili mravljom kiselinom, ovisno o namjeni.

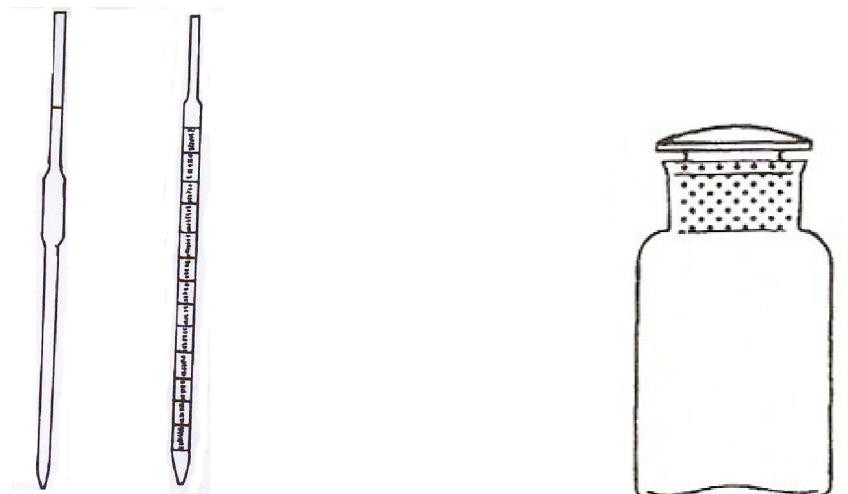
Sirovine i pribor:

- svježa jabuka,
- H_2SO_3 sa 6%-tним SO_2 ,
- tehni ka vaga,
- kuhinjski nož,
- menzura od 100 mL,
- pipete od 1-10 mL,
- staklene boce od 0,5 L s ubrušenim epom (slika 26),
- indikator za pH-vrijednost pulpe.



Slika 24. Ostavljanje meniska na menzuri

Stakleno posu e koje se koristi u vježbi:



Slika 25. Pipete (trbušasta i graduirana)

Slika 26. Staklena boca s ubrušenim epom



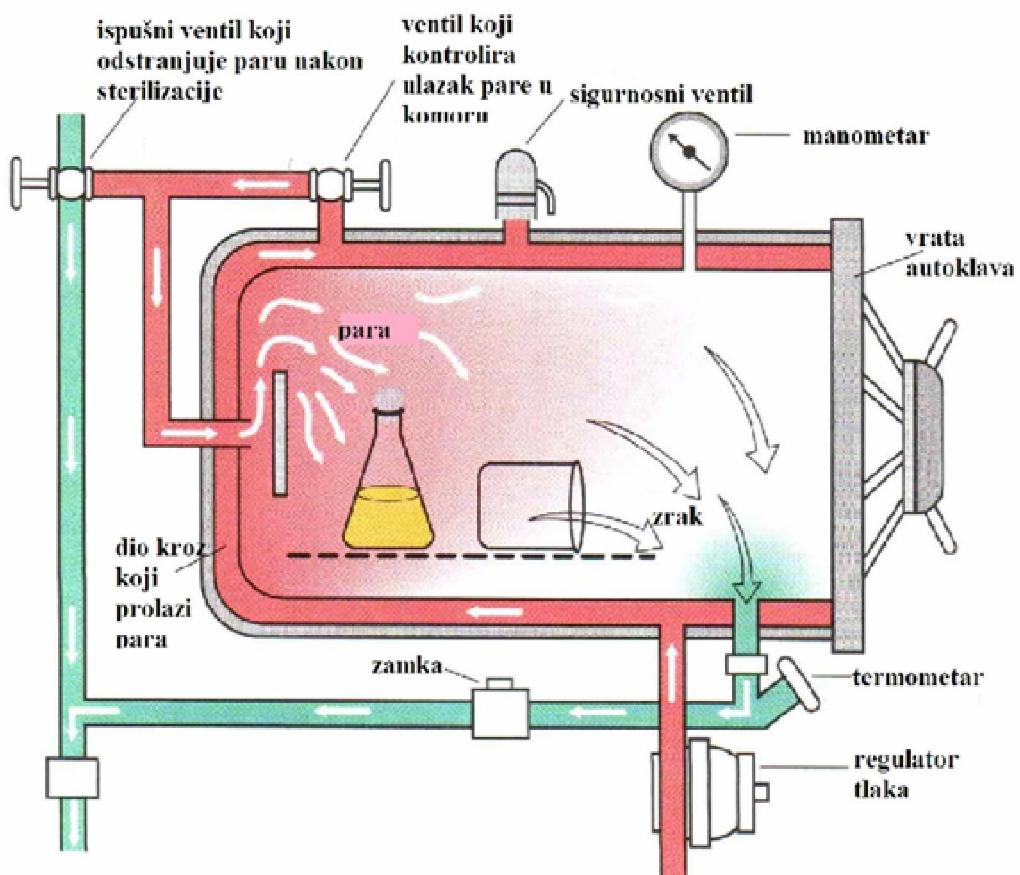
Slika 27. Univerzalni indikatorski papir

Vo na pulpa

Odvagnuto vo e se opere, oguli i odstrane ošte ena mjesta. Plodovi se raspolove i odstrani koštica ili sjemena loža. U vagnutu staklenu bocu volumena 500 ili 1000 mL stavi se o iš eno vo e i sve zajedno vagne kako bi se izra unalo iskorištenje (randman). Na o iš eno vo e doda se konzervans pomiješan s vodom. Ra una se da na 100 kg vo a treba upotrijebiti 180 g SO₂ (odnosno 3 litre 6%-tne H₂SO₃). 6 %-tnu H₂SO₃ treba prije upotrebe razrijediti s vodom. Kod toga se uzima da ukupna koli ina dodane otopine ne smije biti ve a od 15%, ra unaju i na vo e. Upotrijebi se razrje enje tako da dodatak vode i konzervansa bude 15% u odnosu na o iš eno vo e. Poslije dodavanja konzervansa promiješa se sadržaj staklenke i pH-vrijednost pulpe odredi indikator-papirom. pH-vrijednost pulpe treba biti manja od 3,5 jer konzervans djeluje samo kada je pH pulpe manji od 3,5.

Vo na kaša

Koli ina vo a odvagne se s to noš u ± 5 g, opere se, odstrane neupotrebljivi i ošte eni plodovi (ne guliti kožicu vo a), stavi se u metalni lonac koji se stavi u autoklav. Vo e se toplinski obra uje u autoklavu kod 118°C pri tlaku 1 bar, 15 minuta (slika 28). Nakon toplinske obrade autoklav se isklju uje i to tako da se snizi temperatura i postepeno tlak koji poprimi vrijednost okoline u kojoj se nalazi autoklav. Kada se tlak u autoklavu ujedna i s tlakom okoline otvaraju se vrata, a uzorak se vadi i pasira. Dobivena kaša se hlađi i stavi u staklenku, poznate mase, a zatim se staklenka s kašom vagne. Izra una se iskorištenje, odnosno randman. Sadržaj dodane otopine (konzervans + voda) ne smije prelaziti 8%, ra unaju i na ukupnu koli inu kaše. Cjelokupna masa se dobro izmiješa i pH-vrijednost se odredi indikator-papirom.



Slika 28. Princip rada autoklava

2.9. ODRE IVANJE GUSTO E OTOPINE RAZLI ITIM METODAMA

2.9.1. PIKNOMETROM

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 teku ine iznad oznake i unutarnja stijenka piknometra iznad oznake posuši filter-papirom, a zatim se piknometar izvadi iz kupelji i izvana osuši. Nakon 10-minutnog stajanja na sobnoj temperaturi piknometar se izvaže na analiti koj vagi.

Gusto a se dobije dijeljenjem mase analizirane otopine s masom vode, pri 15°C. Dobivena vrijednost usporedi se s podacima u tablicama za oitanje postotka še era.

2.9.2. SAHAROMETROM

Otopina uzorka se ugrije na temperaturu baždarenja saharometra, ulije u cilindar za mjerjenje i saharometar se oprezno uroni u teku inu. U visini gdje razina ispitivane teku ine sije e vrat saharimetra o ita se koli ina še era. Potrebno je pripaziti da saharometar ne dodiruje stijenke cilindra i da gornji dio saharometra nije mokar jer može utjecati na to nost oitanja stvarne vrijednosti gusto e ispitivane otopine.

2.10. ODRE IVANJE JA INE OCTA

Ja ina octa odre ena je brojem grama octene kiseline u 100 mL octa. Odre uje se titracijom s lužinom poznate koncentracije (obi no s otopinom NaOH c= 1 mol/L) uz indikator fenolftalein.

Postupak odre ivanja:

Otpipetira se 10 mL octa u Erlenmayer tikvicu od 100 mL, doda 1-3 kapi fenolftaleina i titrira s otopinom NaOH c= 1 mol/L. Ja ina octa se izra unava po formuli:

$$J = \frac{V \cdot (\text{Na OH}) \cdot F(\text{NaOH}) \cdot 100 \cdot 0,06}{10} = \text{g octene kiseline u 100 mL octa}$$

Gdje je:

- V - volumen otopine NaOH c=1 mol/L
- F - faktor otopine NaOH c=0,1 mol/L

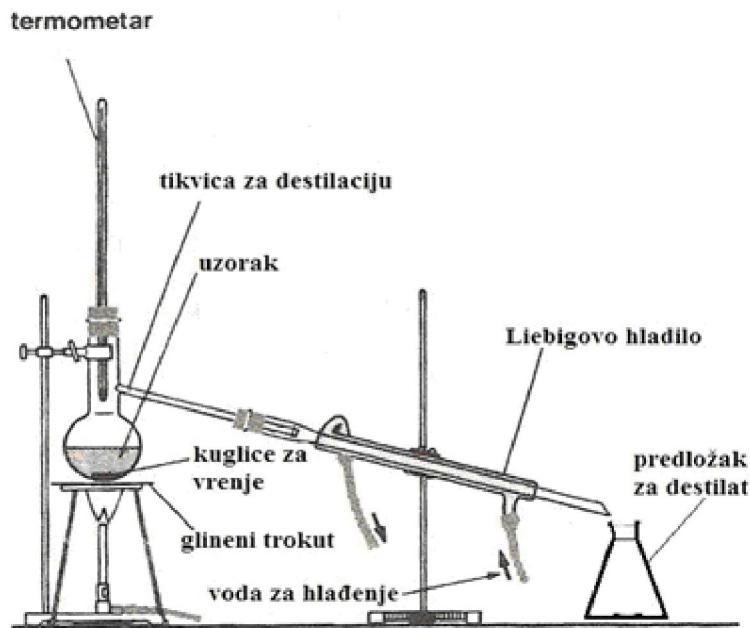
Faktor 0,06 izra unat je iz molekularne mase octene kiseline 60 g/mol. To zna i da 1 mL otopine octene kiseline c= 1 mol/L ima 0,06 grama, odnosno da 1 mL otopine NaOH c= 1 mol/L neutralizira 0,06 grama octene kiseline.

2.10.1. ODRE IVANJE VOLUMNOG UDJELA ALKOHOLA DESTILACIJOM

Udio alkohola u prevrelim alkoholnim otopinama odre uje se destilacijom na sljede i na in:

Pipetom od 100 mL otpipetira se prevrela alkoholna teku ina (vino i dr. otopine) i prelije u staklenu tikvicu s dugim grlo i okruglim dnom volumena 500 mL. U tikvicu se ubaci komadi crvenog lakmus-papira kao indikator i sadržaj tikvice se neutralizira s 30%-tom NaOH do pojave neutralne reakcije. Nakon toga tikvica se spoji na aparatu za destilaciju (slika 29) i sadržaj se destilira. Destilat se hvata u Erlenmeyerova tikvica od 100 mL, a volumen destilata koji je potrebno uhvatiti je oko 75-80 mL. Sadržaj destilata prenese se u odmjernu tikvicu od 100 mL koja se zatim nadopuni do oznake destiliranom vodom. Sadržaj tikvice se dobro promu ka i piknometrom se odredi gusto a destilata na 20°C po ve opisanom postupku u vježbi 2.9. Odre ivanje gusto e otopine piknometrom.

Iz utvr ene gusto e destilata u "alkoholometrijskim" tablicama o ita se volumni postotak alkohola (vol. %).



Slika 29. Aparatura za destilaciju

3. POPIS LITERATURE

Dabi , P. (2010) Sigurnost pri radu-laboratorijske vježbe (interna skripta), Sveu ilište u Splitu, Kemijsko-tehnološki fakultet, Split

Fišer F. (1962) Poljoprivredna tehnologija II dio (Prerada vo a i povr a), Sveu ilište u Zagrebu, Poljoprivredni fakultet, Zagreb

Greenfield H., Southgate D.A.T. (1992) Food Composition Data (production, managment and use), Elsevier Applied Science, London-New York

Hui, Y.H. (2006) Handbook of Fruits and Fruit Processing, Blackwell Publishing, Iowa USA

Kalini V. (2006) Kemija mediteranskog vo a i tehnologija prerade, Skripta I. dio, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, Split

Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC International, Washington, USA (2002) Sesc. 942.15

Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC International, Washington, USA (2002) Sesc. 967.21

Vaji , B. (1960) Živežne namirnice, Odre ivanje osnovnih sastojaka (Skripta), Zagreb

Vaji , B. (1964) Živežne namirnice, Odre ivanje osnovnih sastojaka, Zagreb

www.pbf.hr/hr/content/.../2716/.../AFPS_VOCARSTVO_Jemric.pdf

www.pbf.hr/hr/content/download/6550/.../SirovineN+PI+2008.ppt