

31986R1764

7.6.1986

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

L 153/1

UREDBA KOMISIJE (EGS) št. 1764/86**z dne 27. maja 1986****o najnižjih kakovostnih zahtevah za proizvode na osnovi paradižnika, upravičene do proizvodne pomoči**

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

Člen 2

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

ob upoštevanju Uredbe Sveta (EGS) št. 426/86 z dne 24. februarja 1986 o skupni ureditvi trga za predelano sadje in zelenjavo ⁽¹⁾ in zlasti člena 6(4) Uredbe,

ker člen 2(1) Uredbe (EGS) št. 426/86 predvideva sistem proizvodne pomoči za nekatere proizvode; ker člen 6(1)(b) Uredbe določa, da se bo pomoč izplačala le za proizvode, ki bodo ustrezali najnižjim določenim standardom kakovosti;

ker je namen takih kakovostnih zahtev preprečevati proizvodnjo tistih proizvodov, po katerih ni povpraševanja, ali proizvodov, ki bi porušili tržno ravnoesje; ker morajo zahteve temeljiti na tradicionalnih poštenih proizvodnih postopkih;

ker je treba za izvajanje sistema proizvodne pomoči to uredbo uporabljati v povezavi z Uredbo Komisije (EGS) št. 1599/84 z dne 5. junija 1984 o določitvi podrobnih pravil za uporabo proizvodne pomoči za predelano sadje in zelenjavo ⁽²⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (EGS) št. 1155/86 ⁽³⁾, zlasti glede preskušanja predelanih proizvodov;

ker so kakovostne zahteve, določene v tej uredbi, merila za izvajanje sistema proizvodne pomoči; ker Komisija še ni določila kakovostnih zahtev za trženje teh proizvodov; ker smejo države članice v ta namen še naprej uporabljati nacionalne zahteve pod pogojem, da so v skladu z določbami Pogodbe o prostem pretoku blaga;

ker Upravljalni odbor za predelano sadje in zelenjavo ni podal mnenja v roku, ki ga je določil njegov predsednik,

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

Člen 1

Ta uredba določa najnižje kakovostne zahteve, ki jih morajo izpolnjevati proizvodi na osnovi paradižnika, kakor so določeni v členu 1(2) Uredbe (EGS) št. 1599/84, da bi bili upravičeni do proizvodne pomoči iz člena 2(1) Uredbe (EGS) št. 426/86.

⁽¹⁾ UL L 49, 27.2.1986, str. 1.⁽²⁾ UL L 152, 8.6.1984, str. 16.⁽³⁾ UL L 105, 22.4.1986, str. 24.Za proizvodnjo proizvodov iz člena 1 se uporabljajo le sveži, rdeči, zdravi, zreli in čisti paradižniki (plodovi *Lycopersicum esculentum* P. Mill), primerni za predelavo, in kjer se to uporablja, le sorte iz člena 2(1) Uredbe (EGS) št. 1599/84.

NASLOV I

Zahteve za olupljene paradižnike

Člen 3

Za namene tega naslova pomenijo „olupljeni paradižniki“:

— olupljene cele in v koščkih zamrznjene paradižnike ter

— olupljene cele in v koščkih konzervirane paradižnike,

kakor so opredeljeni v členu 1(2)(h), (ij), (k) in (l) Uredbe (EGS) št. 1599/84.

Člen 4

1. Olupljenim paradižnikom se smejo dodati le naslednje sestavine:

— voda,

— paradižnikov sok,

— paradižnikov koncentrat,

— navadna sol (natrijev klorid),

— naravne začimbe, aromatična zelišča in njihovi izvlečki ter naravne arome.

Pri proizvodnji olupljenih paradižnikov se smeta kot dodatek uporabljati le citronska kislina (E 330) in kalcijev klorid (509).

2. Količina dodane navadne soli ne sme preseči 3 % neto mase in, kadar je dodan kalcijev klorid, celotna vsebnost kalcijevega iona ne sme presegati 0,045 % pri celi obliki in 0,080 % pri obliki koščkov. Pri določanju količine dodane navadne soli se šteje, da je naravna vsebnost kloridov v suhi snovi enaka 2 %.

3. Dodana paradižnikov sok in koncentrat morata izpolniti najnižje zahteve, določene v naslovu II.

Člen 5

1. Olupljeni paradižniki ne smejo imeti tuje arome in vonja, njihova barva pa mora biti značilna za uporabljeno sorto in za ustrezno predelane olupljene paradižnike.

2. Olupljeni paradižniki morajo biti dejansko brez kože. Celi olupljeni paradižniki morajo biti prav tako dejansko brez pegastih delov.

3. Prisotnost plesni v olupljenih paradižnikih (paradižnikih in prekrivajoči tekočini) ne sme preseči 50 % pozitivnih polj in vrednost pH ne sme preseči 4,5.

Člen 6

1. Proizvodi se štejejo za skladne s členom 5(2), če niso presežene naslednje tolerance nepravilnosti:

- pege: 35 cm² celotne površine,
- kožica:
 - v celi obliki: 300 cm² celotne površine,
 - v obliki koščkov: 1 250 cm² celotne površine.

Tolerance se določijo za 10 kg neto mase.

2. V odstavku 1:

- (a) „pege“ pomenijo površine, na katere so prodrle površinske poškodbe in se zato po barvi ali strukturi močno razlikujejo od normalnega paradižnikovega tkiva ter bi jih bilo običajno treba odstraniti med predelavo;
- (b) „kožica“ pomeni tako kožico, ki se drži paradižnikovega mesa, in kožico, ki je prosto v posodi.

Člen 7

1. V zvezi z olupljenimi konzerviranimi paradižniki morajo zavzeti paradižniki in prekrivajoča tekočina v posodi najmanj 90 % vodne prostornine posode.

2. Odcejena neto masa celih olupljenih konzerviranih paradižnikov mora biti v povprečju enaka najmanj 56 % vodne kapacitete posode, izražene v gramih.

3. Če so olupljeni paradižniki pakirani v steklenih posodah, se pred izračunom odstotkov iz odstavkov 1 in 2 vodna kapaciteta zmanjša za 20 ml.

NASLOV II

Zahteve za paradižnikov sok in paradižnikov koncentrat

Člen 8

V tem naslovu pomenita „paradižnikov sok“ in „paradižnikov koncentrat“ proizvoda, opredeljena v členu 1(2)(n) in (o) Uredbe (EGS) št. 1599/84.

Člen 9

1. Paradižnikovemu soku in paradižnikovemu koncentratu se smejo dodati le naslednje sestavine:

- navadna sol (natrijev klorid),
- naravne začimbe, aromatična zelišča in njihovi izvlečki ter naravne arome.

2. Pri proizvodnji paradižnikovega soka in paradižnikovega koncentrata se sme kot dodatek uporabljati citronska kislina (E 330). Poleg tega se pri proizvodnji:

- paradižnikovega soka z manj kakor 7 % vsebnosti suhe snovi sme uporabljati askorbinska kislina (E 300). Vendar masni delež vsebnosti askorbinske kisline v končnem proizvodu ne sme preseči 0,03 %;
- paradižnikovega koncentrata v prahu sme uporabljati silicijev dioksid (551). Vendar masni delež vsebnosti silicijevega dioksida v končnem proizvodu ne sme preseči 1 %.

3. Količina dodane navadne soli ne sme preseči:

- (a) masnega deleža 15 % v suhi snovi za paradižnikov koncentrat z vsebnostjo suhe snovi nad 20 % in
- (b) masnega deleža 3 % neto mase za druge paradižnikove koncentrate in paradižnikov sok.

Pri določanju količine dodane navadne soli se šteje, da je naravna vsebnost kloridov v suhi snovi enaka 2 %.

Člen 10

1. Paradižnikov sok in paradižnikov koncentrat morata imeti:

- (a) značilno rdečo barvo in
- (b) dobro aromo, značilno za pravilno predelan proizvod.

Proizvodi ne smejo imeti tujega okusa, zlasti okusa po zažganem ali karameliziranem proizvodu.

2. Paradižnikov sok in paradižnikov koncentrat ne smeta imeti:

- (a) vidnih tujih rastlinskih delcev, vključno s kožico, semeni in drugimi tršimi deli paradižnika;
- (b) skoraj nobenih mineralnih nečistoč.

3. Skladnost z zahtevami iz odstavka 2 se šteje kot izpolnjena, če:

- (a) je prisotnost kakršnih koli tujih rastlinskih delcev mogoče ugotoviti le na podlagi temeljitega pregleda s prostim očesom; in
- (b) vsebnost mineralnih nečistoč ne presega 0,1 % vsebnosti suhe snovi, zmanjšane za kakršenkoli dodatek navadne soli in, pri paradižnikovem koncentratu v prahu, kakršenkoli dodatek silicijevega dioksida

4. Paradižnikov sok in paradižnikov koncentrat morata imeti:

- (a) enakomerno razporejeno teksturo in konsistenco, ki kažeta na pravilne predelovalne prakse;
- (b) masni delež vsebnosti sladkorja v suhi snovi, izražen kot invertni sladkor, najmanj 42 %, zmanjšan za kakršenkoli dodatek navadne soli;
- (c) masni delež skupnih kislin, ki jih je mogoče titrirati, izražen kot kristaliziran monohidrat citronske kisline, ki ne presega 10 % vsebnosti suhe snovi, zmanjšan za kakršenkoli dodatek navadne soli;
- (d) masni delež hlapnih kislin, izražen kot očetna kislina, ki ne presega 0,4 % vsebnosti suhe snovi, zmanjšan za kakršenkoli dodatek navadne soli;
- (e) vrednost pH ne presega 4,5.

5. Prisotnost plesni v paradižnikovem soku in paradižnikovem koncentratu ob razredčitvi z vodo za doseganje 8 % vsebnosti suhe snovi ne sme preseči 70 % pozitivnih polj. Za paradižnikov sok z vsebnostjo suhe snovi manj kakor 8 % se odstotek pozitivnih polj zmanjša sorazmerno glede na vsebnost suhe snovi.

NASLOV III

Zahteve za paradižnikove kosmiče

Člen 11

Za namene tega naslova pomenijo „paradižnikovi kosmiči“ proizvod iz člena 1(2)(m) Uredbe (EGS) št. 1599/84.

Člen 12

1. Paradižnikovi kosmiči morajo imeti:

- (a) značilno rdečo barvo in

(b) dobro aromo, značilno za pravilno predelan proizvod, in

- (c) ne smejo imeti tuje arome in vonja.

2. Vsebnost suhe snovi paradižnikovih kosmičev mora biti najmanj 93 %.

3. Masni delež vsebnosti skupnih mineralnih in rastlinskih nečistoč v proizvodu ne sme preseči 1 %. Za ta namen „rastlinske nečistoče“ pomenijo rastlinske delce, vidne s prostim očesom, ki niso del samega plodu ali se držijo svežega plodu, vendar bi se morali med predelavo odstraniti, zlasti paradižnikovi listi, stebila in čani listi.

4. Pri proizvodnji paradižnikovih kosmičev se sme kot dodatek uporabljati silicijev dioksid (551). Vendar masni delež vsebnosti silicijevega dioksida ne sme presegati 1 %.

5. Prisotnost plesni v paradižnikovih kosmičih po homogenizaciji z vodo za doseganje 8 % vsebnosti suhe snovi ne sme preseči 70 % pozitivnih polj.

NASLOV IV

Zahteve v zvezi s posodami in preverjanjem

Člen 13

1. Posode s konzerviranimi olupljenimi paradižniki, celimi ali v koščkih, in paradižnikovim sokom, morajo biti označene z navedbo datuma in leta proizvodnje ter imena predelovalca. Če se je paradižnikov sok, predelan ob različnih datumih, pred pakiranjem skladiščil skupaj, se morajo navesti vsi datumi proizvodnje.

2. Določbe odstavka 1 se uporabljajo tudi za proizvode na osnovi paradižnika, če se taki proizvodi med predelavo pakirajo v posodo, v kateri bodo zapustili objekte predelovalca. Če so taki proizvodi skladiščeni v cisternah ali podobnih posodah za nadaljnje pakiranje ali predelavo, morajo biti na posodah navedeni datumi proizvodnje. Če so taki proizvodi pakirani v svoje končne posode, morajo biti na teh posodah navedeni datumi proizvodnje in ime predelovalca.

3. Označevanje iz tega člena je lahko v kodni obliki, odobrijo pa ga pristojni organi v državi članici proizvodnje. Ti organi smejo v zvezi z označevanjem sprejeti dodatne določbe.

Člen 14

Predelovalec dnevno in v rednih intervalih med predelovalnim procesom preverja, ali so proizvodi v skladu z zahtevami za upravičenost do pomoči. Izid preverjanj se zabeleži.

Člen 15

1. Analitske metode za določanje:

- (a) vsebnosti suhe snovi;
- (b) naravnih topnih trdnih snovi;
- (c) vsebnosti soli;
- (d) vsebnosti sladkorja;
- (e) skupnih kislin;
- (f) hlapnih kislin;
- (g) vsebnosti mineralnih nečistoč;
- (h) vrednosti pH;
- (i) vsebnosti kalcijevega iona; in

(j) vsebnosti silicijevega dioksida

so določene v Prilogi.

2. Prisotnost plesni se mora določiti v skladu z metodo AOAC (Association of Official Analytical Chemists) (določanje prisotnosti plesni po Howardu).

3. Metode iz odstavka 1 in 2 se morajo uporabljati za dokončno določitev upravičenosti do proizvodne pomoči. Za rutinske analize se smejo uporabljati druge metode.

Člen 16

Ta uredba začne veljati 1. julija 1986.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Bruslju, 27. maja 1986

Za Komisijo

Frans ANDRIESSEN

Podpredsednik

PRILOGA

VSEBNOST SUHE SNOVI

1. Načelo

Vsebnost suhe snovi pomeni skupno vsebnost naravnih trdnih snovi (NTS).

Skupna vsebnost naravnih trdnih snovi, topnih in netopnih, se določa z gravimetrijo po vakuumski osušitvi proizvoda pri 70 °C.

2. Oprema

- 2.1 Visoko kakovostni vakuumski sušilnik z enakomerno porazdelitvijo toplote (70 °C ± 1 °C), v katerem se lahko vakuum ohranja več ur po prenehanju črpanja.
- 2.2 Laboratorijska vakuumaska črpalka z zmogljivostjo ohranjanja tlaka v delujočem sušilniku pri manj kakor 25 mm Hg, če je potrebno.
- 2.3 Naprava za sušenje zraka. Zrak se mora v sušilnik dovajati skozi prečiščevalac plina, ki vsebuje žveplovno (VI) kislino.
- 2.4 Vodna kopel.
- 2.5 Posode z ravnim dnom in nepredušnimi pokrovi (tehtiči), po možnosti s premerom 6 cm.
- 2.6 Analitska tehtnica s točnostjo 0,1 mg.
- 2.7 Eksikator, v katerem je silikagel z indikatorjem.
- 2.8 Diatomejska zemlja, oprana s kislino.
- 2.9 Sušilnik s kroženjem zraka za delo pri 110 °C.

3. Postopek

- 3.1 V vsako posodo (tehtič) nasujemo približno 15 mg diatomejske zemlje na cm² (približno 0,4 g v vsak tehtič).
- 3.2 Tehtiče brez pokrovov sušimo v sušilniku s kroženjem zraka najmanj 30 minut pri 110 °C.
- 3.3 Na tehtiče namestimo pokrove, jih ohladimo v eksikatorju, in stehtamo.
- 3.4 Snamemo pokrove in v posode hitro dodamo ustrezno količino temeljito premešanega vzorca. Ponovno namestimo pokrove in posode čim hitreje stehtamo. Masa vzorca mora biti med 9 in 20 mg skupne trdne snovi na cm² površine dna posode.
- 3.5 Snamemo pokrov, s stekleno palčko premešamo vzorec z diatomejsko zemljo in dodajamo destilirano vodo, dokler se homogena mešanica ne razporedi enakomerno po dnu tehtičev. Stekleno palčko speremo z destilirano vodo.
- 3.6 Vzorec osušimo do navidezne suhosti (vsebnost preostale vlage je nižja od 50 % vsebnosti suhe snovi) z eno od naslednjih metod:
 - 3.6.1 Posode postavimo na vodno kopel z vrelo vodo, dokler se ostanek ne strdi, rožnato obarva in doseže navidezna suhost.
 - 3.6.2 Posode postavimo v sušilnik s kroženjem zraka pri 70 °C. Za hitro odvajanje vlage morata biti v notranjosti sušilnika zagotovljena dovolj hitro kroženje zraka in zadostna izmenjava z zunanjim zrakom. Posode prekontroliramo vsakih 30 minut ali prej in jih vzamemo iz sušilnika, takoj ko je dosežena navidezna suhost.
 - 3.6.3 Posode postavimo v vakuumski sušilnik s temperaturo 70 °C, pri katerem je regulator delno odprt tako, da je omogočen hiter pretok zraka skozi sušilnik pri tlaku najmanj 310 mm Hg. Posode prekontroliramo vsakih 30 minut in jih vzamemo iz sušilnika, takoj ko je dosežena navidezna suhost.
- 3.7 Delno osušene vzorce postavimo v vakuumski sušilnik tako, da posode stojijo neposredno na polici.

V sušilnik dovajamo suh zrak skozi prečiščevalac s H₂SO₄ s hitrostjo dveh do štirih mehurčkov na sekundo.

Vzorce sušimo štiri ure pri 70 °C in tlaku, ki ne presega 50 mm Hg.

Ob začetku sušenja sme biti temperatura v sušilniku 65 °C, v prvi uri pa se mora povzpeti do temperature med 69 in 71 °C.
- 3.8 Tehtiče vzamemo iz sušilnika, hitro namestimo pokrove in ohladimo v eksikatorju.
- 3.9 Tehtiče stehtamo, takoj ko se ohladijo na sobno temperaturo (po približno 20 minutah).

4. Izražanje rezultatov

Masni delež skupnih naravnih trdnih snovi

$$\% \text{ NTS} = \frac{\text{masa ostanka}}{\text{masa vzorca}} \times 100$$

5. Skupne naravne trdne snovi

Vsebnost skupne naravne trdne snovi določimo potem, ko smo določili vsebnost klorida in odšteli dodano sol. Vsebnost naravne soli je v skupni naravni trdni snovi po dogovoru 2 %.

SKUPNE NARAVNE TOPNE TRDNE SNOVI

1. Opredelitev

Skupne naravne topne trdne snovi (NTTS), določene z refraktometrijsko metodo: koncentracija saharoze v vodni raztopini, ki ima v nekaterih pogojih priprave in pri določeni temperaturi enak indeks refrakcije kakor analizirani proizvod. Koncentracija se izrazi kot masni delež.

2. Načelo

Indeks refrakcije raztopine vzorca se izmeri z refraktometrom pri 20 °C in po tabeli pretvori v vsebnost naravnih topnih trdnih snovi (izraženih kot saharoza). Lahko se pa vsebnost naravnih topnih trdnih snovi odčita tudi direktno na refraktometru.

3. Oprema

Standardna laboratorijska oprema, ki vključuje:

- 3.1 refraktometer z graduirano skalo indeksa refrakcije s točnostjo 0,0005. Refraktometer mora biti nastavljen tako, da je za destilirano vodo pri 20 °C indeks refrakcije 1,3330. S prizmo ali s standardno raztopino mora biti nastavljen na indeks refrakcije 1,3920,

ali

- 3.2 refraktometer z graduirano skalo, ki kaže masni delež saharoze s točnostjo 0,1 %. Refraktometer mora biti nastavljen tako, da za destilirano vodo pri 20 °C pokaže vsebnost nič topne trdne snovi (saharoze). S prizmo ali s standardno raztopino mora biti nastavljen na vsebnost topnih trdnih snovi (izraženih kot saharoza) 36 %.

- 3.3 Sistem za kroženje vode, ki prizmama refraktometra (3.1 ali 3.2) omogoča ohranjanje konstantne temperature (razlika ne presega 0,5 °C) pri približno 20 °C, ki predstavlja referenčno temperaturo (glej 5.1).

- 3.4 Čaša s primerno prostornino.

4. Postopek

4.1 Priprava raztopine vzorca ⁽¹⁾

Laboratorijski vzorec dobro premešamo. Del vzorca pretlačimo skozi dvakrat prepognjeno nevpojno gazo (ali podoben material). Odstranimo prvih nekaj kapljic tekočine in ostanek uporabimo za analizo.

4.2 Analiza

Sistem za kroženje vode (3.3) naravnamo za delovanje pri zahtevani temperaturi (med 15 in 25 °C) in počakamo, da prizmi refraktometra (3.1 ali 3.2) dosežeta enako temperaturo, ki mora med analizo ostati konstantna znotraj 0,5 °C.

Raztopino vzorca (4.1) segrejemo do temperature, približno enake temperaturi pri analizi. Majhno količino raztopine vzorca (zadostujeta dve ali tri kapljice) nanesemo na fiksno prizmo refraktometra (3.1 ali 3.2), na katero takoj pritrdimo premično prizmo. Vidno polje mora biti ustrezno osvetljeno. Za doseganje natančnejših rezultatov lahko uporabimo natrijevo svetilko (zlasti če so proizvodi obarvani ali temni).

Ločnico med svetlimi in temnimi območji vidnega polja premaknemo tako, da sovpada s sečiščem med graduacijskimi črticami na skali, in odčitamo vrednost indeksa refrakcije kot masni delež saharoze glede na vrsto uporabljene aparature (3.1 ali 3.2).

⁽¹⁾ Če so proizvodi gosti ali zelo koncentrirani, ni mogoče dobiti kapljic tekočine, potrebnih za refraktometrijsko analizo. V takem primeru analize ne smemo izvajati. Vzorca nikakor ne smemo razredčiti z vodo.

4.3 Število določanj

Na vsakem vzorcu naj se opravi dve določanji.

5. Izražanje rezultatov

5.1 Popravki

Če se analiza ni izvajala pri temperaturi $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$, moramo napraviti naslednje popravke:

(a) če kaže skala indeks refrakcije (3.1), uporabimo naslednjo formulo:

$$n_D^{20} = n_D^t = 0,00013 (t - 20)$$

pri čemer je t temperatura pri izvedbi analize, izražena v stopinjah Celzija;

(b) če kaže skala masni delež saharoze (3.2), se rezultat popravi po tabeli 1.

5.2 Postopek računanja vsebnosti topnih trdnih snovi

Vsebnost topnih trdnih snovi, izražena kot masni delež, se izračuna:

5.2.1 Refraktometer z graduirano skalo, ki kaže indekse refrakcije

Iz tabele 2 odčitamo masni delež saharoze, ki ustreza vrednosti, dobljeni po točki 4.2, po potrebi popravljeni v skladu s točko 5.1(a). Vsebnost topnih trdnih snovi je enaka tako dobljenemu številu. Če so izpolnjeni pogoji ponovljivosti (glej 5.3), je rezultat aritmetično povprečje dveh določanj. Rezultat izrazimo na eno decimalno mesto.

5.2.2 Refraktometer z graduiranoskalo, ki kaže masne deleže saharoze

Vsebnost topnih trdnih snovi, izražena kot masni delež saharoze, je enaka številu, določenemu na podlagi točke 4.2, po potrebi popravljenemu v skladu s točko 5.1(b). Če so pogoji ponovljivosti izpolnjeni (glej 5.3), je rezultat aritmetično povprečje dveh določanj. Rezultat izrazimo na eno decimalno mesto.

5.3 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določanj, ki jih izvede isti analitik v kratkem času, ne sme presegati 0,2 g topne trdne snovi na 100 g proizvoda.

6. Naravne topne trdne snovi

Vsebnost naravnih topnih trdnih snovi določimo potem, ko smo določili vsebnost klorida in odšteli dodane soli. Za vsak 1 % klorida moramo odšteti 1,13 stopinje Brix ali indeks refrakcije 0,0157 (pri 20 °C). Ti popravki upoštevajo vsebnost naravne soli, ki je v skupni suhi trdni snovi po dogovoru 2 %.

TABELA 1

Popravki odčitkov, upoštevanih pri uporabi refraktometra s skalo, ki kaže vsebnost saharoze, za temperature, ki niso $20\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$

Temperatura °C	Vsebnost topnih trdnih snovi, prikazana na skali, v % (m/m)						
	5	10	15	20	30	40	50
Popravki, ki se odštejejo							
15	0,25	0,27	0,31	0,31	0,34	0,35	0,36
16	0,21	0,23	0,27	0,27	0,29	0,31	0,31
17	0,16	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,23
18	0,11	0,12	0,14	0,15	0,16	0,16	0,15
19	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09
Popravki, ki se prištejejo							
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
22	0,12	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14
23	0,18	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,21
24	0,24	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,28
25	0,30	0,32	0,32	0,34	0,36	0,36	0,36

TABELA 2

Masni delež topnih trdnih snovi (izraženih kot saharoza) glede na indeks refrakcije

Indeks refrakcije	Topne trdne snovi	Indeks refrakcije	Topne trdne snovi
n_D^{20}	% (m/m)	n_D^{20}	% (m/m)
1,3330	0	1,3740	26
1,3344	1	1,3758	27
1,3359	2	1,3775	28
1,3373	3	1,3793	29
1,3388	4	1,3811	30
1,3404	5	1,3829	31
1,3418	6	1,3847	32
1,3433	7	1,3865	33
1,3448	8	1,3883	34
1,3463	9	1,3902	35
1,3478	10	1,3920	36
1,3494	11	1,3939	37
1,3509	12	1,3958	38
1,3525	13	1,3978	39
1,3541	14	1,3997	40
1,3557	15	1,4016	41
1,3573	16	1,4036	42
1,3589	17	1,4056	43
1,3605	18	1,4076	44
1,3622	19	1,4096	45
1,3638	20	1,4117	46
1,3655	21	1,4137	47
1,3672	22	1,4158	48
1,3689	23	1,4179	49
1,3706	24	1,4201	50
1,3723	25		

VSEBNOST SOLI

1. Načelo

Vzorec proizvoda razredčimo. Nato dodamo prebitek standardizirane raztopine srebrovega nitrata. Prebitek nato titriramo s standardizirano raztopino kalijevega tiocianata v prisotnosti železo (III) amonijevega disulfata.

2. Priprava vzorca

2.1 Natehtamo $\frac{300}{R}$ g proizvoda, pri čemer R predstavlja vsebnost skupnih topnih trdnih snovi.

2.2 Proizvod prenesemo v 200 ml merilno bučko, pri čemer uporabljamo destilirano vodo, ki smo jo predhodno prevreli in ohladili.

Posodo za tehtanje speremo z destilirano vodo in vodo za spiranje prenesemo v merilno bučko. Z destilirano vodo dopolnimo do oznake.

2.3 Temeljito pretresemo in raztopino prefiltriramo skozi naguban filter.

2.4 20 ml filtrata prenesemo v 250 ml erlenmajerico in ga razredčimo s 40 do 50 ml destilirane vode.

3. Charpentier-Volhardova metoda

3.1 Reagenti

3.1.1 Standardizirana raztopina srebrovega nitrata 0,1 N.

3.1.2 Čista dušikova (V) kislina, $d = 1,4$.

3.1.3 Nasičena raztopina železovega (III) amonijevega sulfata ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$).

3.1.4 Standardizirana raztopina kalijevega tiocianata 0,1 N.

3.2 Oprema

3.2.1 Analitska tehnika

3.2.2 200 ml erlenmajerica

3.2.3 10 ml polnilna pipeta razreda „A“

3.2.4 20 ml polnilna pipeta razreda „A“

3.2.5 25 ml bireta razreda „A“ v skladu z osnutkom priporočila ISO.

3.3 Postopek

Vzorcu dodamo približno 2 ml reagenta št. 2 in 10 ml (s polnilno pipeto) raztopine št. 1.

Pustimo vreti pet minut in nato ohladimo.

Titriramo z raztopino št. 4, dokler se tekočina po dodatku nekaj kapljic raztopine št. 3 ne obarva povsem rožnato. Predhodno določitev izvedemo z uporabo destilirane vode (bela).

3.4 Izražanje rezultatov

Razlika med uporabljenima volumnoma raztopin št. 1 in 4 predstavlja volumen raztopine srebrovega nitrata, uporabljene za obarvanje kloridov v raztopini vzorca, ob redukciji do belega. 1 ml raztopine srebrovega nitrata 0,1 N ustreza 0,00585 g natrijevega klorida. Rezultate izrazimo v gramih natrijevega klorida na 100 g proizvoda.

Upoštevamo, da je v skupni suhi trdni snovi naravna vsebnost soli po dogovoru 2 %.

$$\text{Vsebnost naravnega klorida (Cl}_{\text{nar}}) = \frac{2 (\text{NTS Cl}_s)}{100},$$

pri čemer je:

NTS = vsebnost suhe snovi,

Cl_s = skupni kloridi

dodani kloridi = Cl_s — Cl_{nar}.

VSEBNOST SLADKORJEV

1. Načelo

Med 40 in 60 % vsebnosti suhe snovi v proizvodih na osnovi paradižnika običajno predstavljajo reducirajoči sladkorji, predvsem glukoza in fruktoza, v približno enakem razmerju. Vsebnost naravne saharoze v paradižnikih je zanemarljiva. Vsebnost naravnih sladkorjev se določa po Lane-Eynonovi metodi brez inverzije. Lane-Eynonova metoda se izvaja s Fehlingovo raztopino.

2. Reagenti

2.1 Raztopina bakrovega sulfata

V destilirani vodi raztopimo 34,639 g CuSO₄·5H₂O, razredčimo do 500 ml in filtriramo skozi stekleno volno ali filtrirni papir.

2.2 Alkalna raztopina kalij natrijevega tartrata

173 g kalij natrijevega tartrata 4H₂O (Rochellova sol) in 50 g NaOH raztopimo v vodi in razredčimo do 500 ml. Pustimo stati dva dni in nato filtriramo skozi azbestni filter.

2.3 Nasičena raztopina svinčevega acetata

2.4 Carrezova raztopina

I. Vodna raztopina natrijevega ferocianida, 15 %.

II. Vodna raztopina cinkovega acetata, 30 %.

2.5 Vodna raztopina metilen modrega, 1 %.

2.6 Nasičena raztopina Na₂SO₄ (natrijevega sulfata) ali natrijevega oksalata.

2.7 Alkoholna raztopina fenolftaleina, 1 %.

2.8 Raztopina NaOH, 0,1 N (4 g NaOH v 1 000 ml vode).

3. Oprema

3.1 Analitska tehnika.

3.2 Filtrirni papir za hitro filtriranje.

3.3 25 ml bireta.

3.4 Erlenmajerica.

3.5 10 ml pipeta.

3.6 200 ml Kohlrauscheva merilna bučka.

4. Postopek

- 4.1 Za določanje sladkorjev v proizvodih na osnovi paradižnika po Lane-Eynonovi metodi mora biti količina analiziranega vzorca taka, da analizirana raztopina sladkorja po zbistritvi in razredčitvi vsebuje tolikšno količino sladkorja, da se 10 ml Fehlingove raztopine povsem zreducira s 25 do 50 ml raztopine sladkorja. Raztopina sladkorja mora torej vsebovati med 105 in 205 mg invertnega sladkorja na 100 ml raztopine, kakor je prikazano v tabeli.

Med določanjem se merjena raztopina sladkorja razredči tako, da je za redukcijo 10 ml Fehlingove raztopine potrebnih 32 ml: ta koncentracija je v sredini območja v tabeli. Raztopina sladkorja tako vsebuje približno 160 mg invertnega sladkorja na 100 ml raztopine.

- 4.2 Natehtamo količino proizvoda na osnovi paradižnika, ki ustreza približno $\frac{150}{R}$ g, pri čemer R predstavlja vsebnost NTTS (skupnih naravnih topnih trdnih snovi).
- 4.3 Vzorec prenesemo v 200 ml bučko z okroglim dnom. Posodo z vzorcem speremo in vodo za spiranje prilijemo v bučko: nato z destilirano vodo dopolnimo do oznake.
- 4.4 Odpipetiramo 100 ml te raztopine in jo prenesemo v 250 ml merilno bučko.
- 4.5 S pipeto dodamo 4 do 5 ml nasičene raztopine svinčevega acetata; raztopino dodajamo previdno, po dve kapljici naenkrat, dokler se tekočina ne zbistri.
- 4.6 Vendar se priporoča, da se zbistritev, če je le mogoče, doseže z dodajanjem 5 ml Carrezove raztopine I in 5 ml Carrezove raztopine II.
- 4.7 Po zbistritvi pustimo tekočino stati 15 minut. Nato dodamo določeno količino nasičene raztopine natrijevega sulfata ali natrijevega oksalata, da odstranimo mogoč prebitek svinčevega acetata. Pri kakršnem koli prebitku svinčevega acetata se bo po dodatku natrijevega sulfata ali natrijevega oksalata pojavila bela oborina.
- 4.8 Pustimo stati 15 minut in nato z destilirano vodo dopolnimo do oznake 250 ml. Temeljito pretresemo in prefiltriramo skozi naguban filtrirni papir. Nekaj bistrega filtrata prenesemo v 100 ml bireto: raztopina je zdaj pripravljena za analizo.
- 4.9 Izvesti je treba dve kvantitativni določitvi vsebnosti sladkorjev:

(a) Probna določitev

10 ml mešanice enakih delov Fehlingove raztopine prenesemo v 200- do 250 ml erlenmajerico, ki smo jo postavili na žično mrežo. (Pred določanjem naj se skupaj premešata enaki količini Fehlingove raztopine A in B.) Z bireto dodamo približno 25 ml sladkorne raztopine. Pustimo vreti 15 sekund.

Vsaki 10 sekund dodamo nadaljnje količine raztopine, dokler modra barva ne zbledi.

Dodamo eno ali dve kapljici indikatorja metilen modrega in še naprej dodajamo raztopino sladkorja, dokler se barva indikatorja povsem ne spremeni.

Vrela tekočina se obarva rdečkasto-rjavo.

(b) Končna določitev

10 ml mešanice enakih delov Fehlingove raztopine prenesemo v 200- do 250 ml erlenmajerico in nato dodamo 0,5 ml manj raztopine sladkorja od volumna raztopine, kakor smo ga uporabili pri poskusni titraciji. Mešanico segrejemo do vrelišča in pustimo vreti natanko dve minuti. Dodamo eno ali dve kapljici metilen modrega in nato približno eno minuto dodajamo preostalo raztopino sladkorja, po dve ali tri kapljice vsaki 10 sekund, dokler se modra barva indikatorja ne spremeni v rdečkasto-rjavo.

A naj predstavlja količino uporabljenih sladkorne raztopine, izražene na 0,1 ml.

Ker gre za empirično metodo, je treba vsa zgoraj navedena navodila strogo upoštevati.

5. Izražanje rezultatov

Iz števila mililitrov porabljene raztopine sladkorja z uporabo naslednje tabele izračunamo vsebnost invertnega sladkorja v raztopini sladkorja in v količini vzorca paradižnikovega proizvoda. Obrazec za izračun je naslednji:

$$\text{Skupni sladkorji v g na 100 g proizvoda} = \frac{C \times 0,5}{\text{masa vzorca}}$$

pri čemer C (stolpec 3 v tabeli) ustreza količini A porabljene sladkorne raztopine (stolpec 1 v tabeli).

Če se vsebnost invertnega sladkorja (izražena kot masni delež v proizvodu na osnovi paradižnika) deli z vsebnostjo skupnih naravnih topnih trdnih snovi (NTTS), predstavlja dobljeni rezultat vsebnost invertnega sladkorja v 100 g topnih trdnih snovi.

TABELA

mg invertnega sladkorja na 10 ml Fehlingove raztopine

A ml porabljene sladkorne razto- pine	B Faktorji invert- nega sladkorja	C mg invertnega sladkorja v 100 ml raztopine	A ml porabljene sladkorne razto- pine	B Faktorji invert- nega sladkorja	C mg invertnega sladkorja v 100 ml raztopine
25,0	51,2	204,8	38,0	51,9	136,6
2		203,4	2		135,9
4		201,9	4		135,3
6		200,4	6		134,6
8		198,9	8		134,0
26,0	51,3	197,4	39,0	52,0	133,3
2		196,0	2		132,7
4		194,6	4		132,0
6		193,2	6		131,4
8		191,8	8		130,7
27,0	51,4	190,4	40,0	52,0	130,1
2		189,1	2		129,5
4		187,7	4		128,9
6		186,4	6		128,3
8		185,0	8		127,7
28,0	51,4	183,7	41,0	52,1	127,1
2		182,5	2		126,5
4		181,2	4		125,9
6		180,0	6		125,4
8		178,7	8		124,8
29,0	51,5	177,5	42,0	52,1	124,2
2		176,3	2		123,6
4		175,2	4		123,1
6		174,0	6		122,5
8		172,9	8		122,0
30,0	51,5	171,7	43,0	52,2	121,4
2		170,6	2		120,9
4		169,5	4		120,3
6		168,5	6		119,8
8		167,4	8		119,2
31,0	51,6	166,3	44,0	52,2	118,7
2		165,3	2		118,2
4		164,3	4		117,7
6		163,2	6		117,1
8		162,2	8		116,6
32,0	51,6	161,2	45,0	52,3	116,1
2		160,3	2		115,6
4		159,4	4		115,1
6		158,4	6		114,7
8		157,5	8		114,2
33,0	51,7	156,6	46,0	52,3	113,7
2		155,7	2		113,2
4		154,8	4		112,8
6		154,0	6		112,3
8		153,1	8		111,9
34,0	51,7	152,2	47,0	52,4	111,4
2		151,3	2		111,0
4		150,5	4		110,5
6		149,6	6		110,5
8		148,8	8		109,6
35,0	51,8	147,9	48,0	52,4	109,2
2		147,1	2		108,8
4		146,3	4		108,4
6		145,5	6		107,9
8		144,7	8		107,5
36,0	51,8	143,9	49,0	52,5	107,1
2		143,2	2		106,7
4		142,4	4		106,3
6		141,7	6		105,9
8		140,9	8		105,5
37,0	51,9	140,2	50,0	52,5	105,1
2		139,5	2		
4		138,8	4		
6		138,0	6		
8		137,3	8		

SKUPNE KISLINE, KI JIH JE MOGOČE TITRIRATI**1. Načelo**

Vsebnost skupnih naravnih kislin v proizvodu se določi s potenciometrično titracijo z raztopino natrijevega hidroksida.

2. Reagenti

2.1 Standardizirana raztopina natrijevega hidroksida, 0,1 N, brez ogljikovega dioksida.

2.2 Puferske raztopine z znanimi vrednostmi pH pri približno 8,0.

2.3 Alkoholna raztopina fenolftaleina, 1 %.

3. Oprema

Standardna laboratorijska oprema, ki vključuje:

- potenciometer s stekleno elektrodo,
- mehanski ali elektromagnetni mešalnik,
- analitsko tehtnico,
- 50 ml čašo,
- 200 ml polnilno pipeto,
- 50 ml polnilno pipeto,
- 25 ml bireto razred „A“, v skladu z osnutkom priporočila ISO.

4. Postopek

V 50 ml čašo natehtamo količino proizvoda, ki ustreza $\frac{300}{R}$ g $\pm$ 0,01 g, pri čemer R predstavlja vsebnost NTTS (skupnih naravnih topnih trdnih snovi).

Vzorec prenesemo v 200 ml merilno bučko. Z vrelo destilirano vodo dopolnimo do oznake 200 ml. Temeljito pretresemo. Prefiltriramo. 50 ml filtrata prenesemo v široko čašo (s prostornino najmanj 400 ml). Dodamo med 150 in 200 ml vrele destilirane vode.

S puferskimi raztopinami z vrednostjo pH približno 8,0 preverimo, ali potenciometer deluje brezhibno. Iz birete med mešanjem hitro dodamo raztopino natrijevega hidroksida (2.1), dokler ne dosežemo vrednosti pH 6,0. Počasi še naprej dodajamo raztopino, da dosežemo vrednost pH 7,0. Nato dodajamo raztopino po kapljicah in po vsakem dodajanju zapišemo prostornino raztopine natrijevega hidroksida (2.1) in vrednosti pH, dokler ne dosežemo vrednosti pH $8,1 \pm 0,2$. Z interpolacijo določimo točno prostornino raztopine natrijevega hidroksida, ki ustreza vrednosti pH 8,1.

Na istem pripravljenem vzorcu je treba izvesti najmanj dve kvantitativni določitvi.

5. Izražanje rezultatov

Kisline, ki jih je mogoče titrirati, se lahko izrazijo kot masni delež monohidrata citronske kisline v suhi snovi. 1 ml raztopine natrijevega hidroksida (2.1) ustreza 0,007 g monohidrata citronske kisline.

HLAPNE KISLINE**1. Načelo**

Hlapne kisline se ločijo z destilacijo z vodno paro in titrirajo v destilatu v prisotnosti fenolftaleina ali s pH-metrom.

2. Reagenti

2.1 Standardizirana raztopina natrijevega hidroksida, N/50 (0,02 N), sveže pripravljena iz raztopine N/10.

2.2 Alkoholna raztopina fenolftaleina, 0,05 %.

2.3 Kristalizirana vinska kislina.

2.4 Standardizirana raztopina klorovodikove kisline, 0,1 N.

3. Oprema

- 3.1 Aparatura za destilacijo z vodno paro.
- 3.2 Analitska tehnika.
- 3.3 10 ml bireta, graduirana v dvajsetinkah mililitra.
- 3.4 200 ml erlenmajerica.

4. Postopek

Bučko aparature za destilacijo z vodno paro napolnimo s približno 1,5 litra sveže zavrete destilirane vode. Dodamo nekaj koščkov plovca. S točnostjo 0,1 g natehtamo količino proizvoda, ki ustreza $\frac{600}{R}$ g, pri čemer R predstavlja vsebnost NTTS (skupnih naravnih topnih trdnih snovi). Po razredčitvi, če je potrebna, vlijemo raztopino v notranjo cev aparature. Dodamo približno 100 mg reagenta 2.3. Bučko spojimo s povratnim hladilnikom. V približno 30 minutah oddestiliramo 150 ml, pri čemer destilat zbiramo v 200 ml erlenmajerico tako, da je konica povratnega hladilnika potopljena v majhno količino sveže zavrete destilirane vode. Ustavimo postopek. V erlenmajerico kanemo nekaj kapljic fenolftaleina (2.2) in z raztopino N/50 natrijevega hidroksida (2.1) titiramo kisline do obstojne rožnate barve indikatorja. Ker je raztopina N/50 natrijevega hidroksida nestabilna, pred uporabo preverimo njen titer z raztopino N/10 klorovodikove kisline (2.4). Titracijo lahko izvedemo tudi s pH-metrom.

5. Izražanje rezultatov

Hlapne kisline se izrazijo kot masni delež očetne kisline v suhi snovi. En mililiter raztopine N/50 natrijevega hidroksida (2.1) ustreza 0,0012 g očetne kisline.

MINERALNE NEČISTOČE

1. Načelo

Težke nečistoče, običajno iz tal (npr. pesek), morebiti pa tudi delci kovin ali mineralov z visoko gostoto, se izločijo na podlagi svoje gostote. Organske snovi se uničijo s sežigom pri 500 do 600 °C. Dobljeni ostanek stehiamo.

2. Oprema

Standardna laboratorijska oprema, ki vključuje:

- 2.1 čašo s prostornino 250 do 1000 ml,
- 2.2 žarilne lončke iz kvarcnega stekla, porcelana ali platine,
- 2.3 filter papir brez pepela,
- 2.4 2-litrski hruškasti lij ločnik s širokim vratom (glej skico),
- 2.5 žarilno peč, ogreto na 500 do 600 °C,
- 2.6 sušilnik,
- 2.7 analitsko tehniko.

3. Postopek

V čašo natehtamo količino proizvoda, ki ustreza $\frac{300}{R}$ g, pri čemer R predstavlja vsebnost NTTS (skupnih naravnih topnih trdnih snovi). Dodamo 100 do 150 ml vode. Temeljito premešamo. Vzorec prelijemo v 2-litrski lij ločnik, ki mora biti deloma napolnjen z vodo, in nastavljivo cev pritrdimo tako, da je njen spodnji konec spuščen najmanj do polovice lija. Vodi omogočimo dotok v lijak s hitrostjo, ki povzroča zadostno turbulenco za ločevanje mineralnih snovi od kaše. Suspendirano kašo izločimo, ne da bi odstranili pesek; za ta namen naj se nastavljliva cevka spusti proti dnu lija ločnika.

Ločevanje nadaljujemo, dokler na dnu lija ne ostanejo le mineralne nečistoče. Upoštevamo, da lahko ostanek včasih vsebuje težke odpadne organske delce, kakor so paradižnikova semena.

Lij ločnik postavimo nad lij, v katerem je filter brez pepela, skozi katerega spustimo skupni ostanek, pri čemer odpremo petelinček lij ločnika in po potrebi spiramo z vodo. Filter speremo z destilirano vodo in ga nato skupaj z ostankom prenesemo v žarilni lonček. Posodo, ostanek in filter osušimo, nato žarimo na nizkem plamenu in nazadnje 30 minut v žarilni peči pri 500 do 600 °C.

Pustimo, da se ohladi v sušilniku, in stehamo s točnostjo 0,0002 g.

Na vzorcu je treba izvesti najmanj dve določanji. Masni delež mineralnih nečistoč je podan z:

$$(M_1 - M_0) \times \frac{100}{E}$$

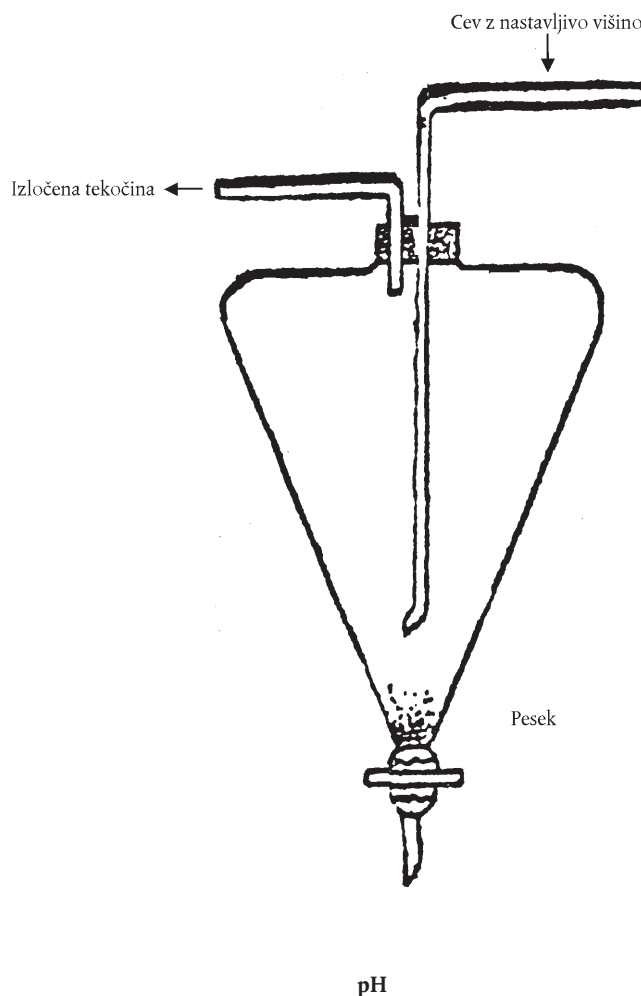
pri čemer je:

M_0 masa lončka, v gramih,

M_1 masa lončka in pepela, v gramih,

E vsebnost suhe snovi v vzorcu.

Skica aparature za kontinuirno ločevanje v vodi netopnih mineralnih nečistoč



1. Načelo

pH proizvodov na osnovi paradižnika se določa elektrometrično s pH-metrom.

2. Oprema

2.1 pH-meter.

2.2 Referenčna in pH-elektroda ali kombinirana elektroda.

2.3 Puferske raztopine pH = 4,0 in pH = 7,0.

3. Postopek

- 3.1 S puferskimi raztopinami umerimo pH-meter.
- 3.2 S termometrom izmerimo temperaturo proizvoda in na to temperaturo nastavimo instrument.
- 3.3 V nerazredčen proizvod na osnovi paradižnika vstavimo elektrodi ali kombinirano elektrodo.

4. Izražanje rezultatov

Vrednost pH se prikaže neposredno na aparaturi.

VSEBNOST KALCIJEVEGA IONA

1. Načelo

Vsebnost kalcija se določa z atomsko absorpcijsko spektrometrijo na predhodno pripravljenem vzorcu. Za preprečitev delne ionizacije elementov v plamenu dodamo pri kvantitativni določitvi kalcija lantan.

2. Reagenti

- 2.1 Dušikova kislina, 65 %, p.a..
- 2.2 Referenčna raztopina z vsebnostjo 1 mg/ml kalcija.
- 2.3 5 % raztopina lantana.
134 g lantan klorida ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v dvojno destilirani vodi in dopolnimo do 1 000 ml.
- 2.4 Koncentrirana žveplova (VI) kislina ($D = 1,84$), p.a..

3. Oprema

- 3.1 Atomski absorpcijski spektrometer.
- 3.2 Lončki iz platine s premerom 10 cm, višino 3 cm in ravnim dnom.
- 3.3 Žarilna peč in vroča plošča.
- 3.4 Infrardeča svetilka.
- 3.5 Dekontaminiran stekleni pribor (brez vsebnosti kalcija).

4. Postopek

4.1 Uvodne pripombe

Posebno skrb moramo posvečati zagotavljanju čistosti uporabljenih posod. Steklolino je treba pred začetkom analize sprati z dvojno destilirano vodo.

Vse raztopine in razredčitve moramo pripraviti z dvojno destilirano vodo.

Volumen pri razredčevanju mora biti najmanj 1 ml.

Pri vsaki seriji določitev pripravimo umeritvene vrednosti z ustreznimi raztopinami.

Za kvantitativno določitev z absorpcijsko spektrometrijo moramo na aparaturi nastaviti optimalno valovno dolžino.

Če se različne faze postopka izvajajo v več laboratorijih (npr. v pripravljalnem in merilnem laboratoriju), je izredno pomembno, da se za redčenje raztopin za analizo in standardnih raztopin uporablja ista serija dvojne destilirane vode.

4.2 Mineralizacija vzorca

4.2.1 Moker razklop

V skladu s pričakovano količino kalcija natehtamo v Kjeldahlovo bučko 1 do 2 g homogeniziranega vzorca.

Pri tekočih proizvodih natehtamo 10 g in koncentriramo na reducirano prostornino (2 do 3 ml).

Dodamo 10 ml koncentrirane dušikove kisline (2.1) in 2,5 ml žveplove kisline (2.4).

Počasi segrevamo, dokler se ne pojavijo beli hlapi.

V tej fazi naj bi bila raztopina bistra in brezbarvna.

V nasprotnem primeru previdno dodamo nekaj kapljic dušikove kisline (2.1) in nadaljujemo segrevanje, dokler se ne pojavijo beli hlapi.

Ko je razkroj končan, prelijemo raztopino, ki bi morala biti zreducirana na 2 do 3 ml, v 25 ml merilno bučko in dopolnimo do oznake z dvojno destilirano vodo.

Tako pripravljeni vzorci se analizirajo in primerjajo s standardnimi 10 % raztopinami žveplove kisline.

4.2.2 Suhi sežig

V skladu s pričakovano količino kalcija natehtamo 5 do 10 g vzorca v lonček iz platine (3.2).

Osušimo v žarilni peči, na vroči plošči ali pod infrardečo svetilko, na rahli, počasni toploti, da se snov zaradi prevretja ne porazgubi. Ostanek postavimo v žarilno peč, predhodno ogreto na 400 °C, in sežigamo najmanj šest ur.

Če je prisoten kadmij, dodamo nekaj kapljic fosforne ali žveplove kisline.

Če pepel ni povsem bel, ga omočimo z nekaj kapljicami dušikove kisline, proizvod povsem osušimo pod infrardečo svetilko, dokler beli hlapi povsem ne izginejo, in ponovno žarimo v žarilni peči najmanj štiri ure.

Pepel premešamo z 1 ml dušikove kisline, prenesemo v 50 ml merilno bučko in dopolnimo z vodo do oznake.

4.3 Direktna kvantitativna določitev

Pri tekočih proizvodih (sok ali razredčen koncentrat) lahko količine merimo direktno, brez predhodne mineralizacije vzorca.

Količino kalcija določimo v prisotnosti 0,5 % lantana po razredčitvi osnovne raztopine (2.3).

4.4 Kvalitativna določitev

Raztopine vzorcev razredčimo tako, da bo koncentracija kalcija, ki jo bomo analizirali, v območju razpona koncentracij umeritvene krivulje.

Kalcij: $\lambda = 422,7 \text{ nm}$
Plamen: zrak/aceten
Korekcijski koeficient za šum ozadja

4.5 Priprava umeritvene krivulje

V štiri 10 ml merilne bučke vlijemo po 1 ml koncentrirane dušikove kisline in 1 ml 5 % raztopine lantana (2.3).

V bučke odpipetiramo 0, 1, 3 in 5 ml raztopine kalcija 10 ppm in z dvojno destilirano vodo dopolnimo do oznake.

Določimo absorbanco vsake raztopine, od standardov odštejemo slepe vrednosti in narišemo umeritveno krivuljo.

5. Izračun

Vsebnost kalcija izračunamo iz ustreznih umeritvenih vrednosti, določenih pri vsaki seriji merenj, ob upoštevanju faktorjev razredčevanja.

6. Natančnost metode

Ponovljivost (r):

kalcij: $r = 1,1 + 0,029 x_i$ mg/l.

Obnovljivost (R):

kalcij: $R = 2,2 + 0,116 x_i$ mg/l.

x_i = izmerjena koncentracija.

VSEBNOST SILICIJEVEGA OKSIDA**1. Postopek**

V 300 ml čašo natehtamo 10 g paradižnikovega prahu ali kosmičev s točnostjo 0,01 g. Dodamo 200 ml vode. Temeljito premešamo. Pustimo 10 minut, da se oborina sesede. Previdno odlijemo delce, ki plavajo na površini. Postopek še enkrat ponovimo. Trdni ostanek zberemo na filtru za ultrahitro filtracijo. Prežarimo v porcelanskem žarilnem lončku. Po potrebi dodamo malo destilirane vode in postavimo nazaj v pečico, dokler pepel ne postane bel.

Dodamo 10 cm³ do polovice razredčene dušikove kisline ($d = 1,4$). Segrejemo na zelo rahlem plamenu, oborino zberemo na filtru brez pepela, osušimo in prežarimo v tariranem lončku (m⁰). Če pepel ni bel, dodamo tako kakor prej malo destilirane vode in še enkrat prežarimo. Stehtamo žarilni lonček (m).

2. Izračun

$(m - m^0) \times 10 =$ masni delež silicijevega oksida v prahu.
