

METODE
FIZIČKIH I HEMIJSKIH ANALIZA ZA KONTROLU
KVALITETA ŽITA, MLINSKIH I PEKARSKIH PROIZVODA,
TESTENINA I BRZO SMRZNUTIH TESTA

I. ŽITA I MLINSKI PROIZVODI

1. Određivanje organoleptičkih osobina žita i mlinskih proizvoda

Princip

Princip se zasniva na organoleptičkom ispitivanju mirisa, ukusa i boje žita i mlinskih proizvoda

Određivanje mirisa žita i mlinskih proizvoda

Postupak:

Oko 100 g čistog žita prekrupi se na potpuno čistom laboratorijskom mlinu koji je bez mirisa. U čašu zapremine 150 ml odmeri se 20 g prekrupe ili mlinskog proizvoda i prelije sa 100 ml vode zagrejane na temperaturi 60 °S. Suspenzija se homogenizuje staklenim štapićem i odmah ocenjuje prisustvo stranih mirisa. Ako tri od pet ocenjivača uoče neki od stranih mirisa, smatra se da je taj miris utvrđen.

Strani miris može biti miris na memlu, miris na štetočine, miris na plesan, kiseo miris, miris na vrenje, miris na dim, miris na sumpor i drugo.

Svi navedeni mirisi mogu biti različitog intenziteta, i to: slabo izraženi, izraženi i veoma izraženi.

Određivanje ukusa žita i mlinskih proizvoda

Odmeri se oko 20 g očišćenog žita i samelje se na istom laboratorijskom mlinu koji je bez mirisa. Dva grama samlevenog žita se sažvaće i ocenjuje se svojstvenost. Pod svojstvenim ukusom podrazumeva se blag i najčešće neutralan ukus, dok pokvareno zrno žita ima kiseo, gorak ili plesniv ukus, itd.

Istim postupkom ocenjuje se svojstveni ukus mlinskih proizvoda.

Određivanje mirisa kukuruza

Od uzorka za ispitivanje odmeri se 100 g zrna i prenese u tikvicu sa brušenim zatvaračem, zapremine 100 ml, koja se 30 minuta ostavi u sušnici na temperaturi od 35 do 40 °S.

Tikvica se zatim izvadi iz sušnice, brzo otvori i ustanovi miris.

Ako miris nije svojstven, u izveštaj o ispitivanju upisuju se zapažanja o prisutnosti stranog mirisa i utvrđuje se njegovo poreklo.

Određivanje boje kukuruza

Odmeri se 100 g zrna kukuruza. Boja se ocenjuje pri dnevnoj svetlosti i upoređuje sa određenim standardnim uzorkom.

Određivanje ukusa kukuruza

Od uzorka za ispitivanje odmeri se 100 g zrna, izdvoje se primese neorganskog i životinjskog porekla, nečistoće organskog porekla i zrna korova. Prečišćeni uzorak se samelje i od te mase se odmeri 50 g prekrupe, homogenizuje i pomeša sa 100 ml vodovodske vode. Suspenzija se zagreva do ključanja, masa se izmeša, ohladi do temperature od 30 do 40 °S, a zatim se određuje ukus.

Ako ukus nije svojstven zdravom zrnu, u izveštaj o ispitivanju unosi se zapažanje i napomena da je ustanovljen strani ukus.

2. Određivanje količine primesa u raži

Princip

Princip se zasniva na odvajanju i merenju primesa iz uzorka raži.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) razdeljivač uzorka;
- 2) analitička vaga;
- 3) sita sa duguljastim zaobljenim otvorima ručna, vibraciona ili sito tresilica sa otvorima:
1,8 mm · 20 mm,
1,7 mm · 20 mm,
1,0 mm · 20 mm.

Postupak

Odmeri se 250 g uzorka(a), sa tačnošću 0,1, i proseje kroz sito čiji su otvori 1 mm · 20 mm, u trajanju od najmanje 30 sec. Ako se sejanje vrši ručno, sito se ravnomerno pokreće sleva nadesno i nazad u pravcu dubine otvora sita.

Iz ostatka na situ izdvajaju se kamenčići, grudvice zemlje, delovi slame, pleva i slična nečistoća i nabrojane primese se izmere kao "nečistoća stranog porekla", zajedno sa propadom kroz sito čiji su otvori 1 mm · 20 mm, sa tačnošću od 0,01 g (b).

Delovi insekata, grinje i žitne štetočine priključuju se izdvojenim nečistoćama stranog porekla, ali se podaci o njima prikazuju odvojeno u kom/kg raži.

Iz ostatka na situ sa otvorima 1 mm · 20 mm pomoću razdeljivača uzorka (ili četvrtanjem) izdvoji se uzorak za analizu oko 50 do 100 g (c) i meri sa tačnošću 0,1 g.

Uzorak za analizu rasprostire se u tankom sloju po stolu i pomoću pincete se izdvoje sledeće vrste oštećenih zrna i zrna drugih žita: polomljena zrna (d), zrna drugih žita (e), proključala zrna (f), izgrizena zrna (g), oštećena zrna sušenjem (h), korovsko seme (j), glavnicna raži (k) i pokvarena zrna (l).

Ako se u uzorku za analizu nalaze zrna raži u plevicama, ta zrna treba oljuštiti rukom i priključiti primesama "nečistoća stranog porekla" (b).

Posle toga uzorak za analizu se prosejava pola minuta kroz sito sa otvorima 1,8 mm · 20 mm, odnosno 1,7 mm · 20 mm, zavisno od sorte raži. Propad kroz ovo sito ubraja se u vrstu primesa "štura zrna" (m), kao i "nedozrela zrna" iz ostatka na situ.

Izračunavanje

Sve vrste izdvojenih primesa i očišćen ostatak sa sita čiji su otvori 1 mm · 20 mm (n) izmere se sa tačnošću od 0,01 g. Kad kod uzorka za analizu zbir od d, a, f, g, h, j, k, l, m, n, odstupa od vrednosti c za više do 0,5% mora se ispitati novi uzorak.

Procent nečistoća stranog porekla izračunava se na sledeći način:

$$\text{procent nečistoća } A = (b/a) \cdot 100$$

gde je:

a - masa uzorka (250 g), u gramima;

b - masa nečistoća stranog porekla, u gramima.

Procenat oštećenih zrna i zrna drugih žita (d do m) izračunava se na sledeći način:

procent oštećenih zrna i zrna drugih žita

$$B = x(a-b)/(a \cdot s) \cdot 100$$

gde je:

h - masa odgovarajuće vrste primesa, u gramima;

a - masa uzorka (250 g), u gramima;

b - masa nečistoća stranog porekla, u gramima;

s - zbir mase (d do m).

Rezultati se prikazuju sa dve decimale, a tačnost mora iznositi 0,1%, osim vrednosti za "korovsko seme" i "glavnicu raži", gde tačnost iznosi 0,01%.

Ponovljivost

Pri paralelnim određivanjima na istom uzorku, odstupanje u sadržaju ukupnih primesa ne sme biti veće od 10%.

Napomena: Zrna sa dva ili više oštećenja ubrajaju se u vrstu primesa koje se ocenjuju kao najteže oštećenje.

3. Određivanje količine primesa u kukuruzu

Princip i primena

Princip se zasniva na prosejavanju i ručnom odvajanju svih primesa iz uzorka za ispitivanje.

Metoda se primenjuje za utvrđivanje raznih primesa u kukuruzu.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) razdeljivač uzorka;
- 2) analitička vaga, tačnosti 0,01 g;
- 3) sito sa okruglim otvorima prečnika 5 mm.

Postupak

Razdeljivačem ili postupkom četvrtanja uzorak za ispitivanje se redukuje na masu od 100 g. Redukovani uzorak se u tankom sloju rasprostire na stolu i pomoću pincete se izdvajaju sledeće primese:

- druga žita;
- prokljajala zrna;
- nagrižena zrna;
- zrna oštećena veštačkim sušenjem;
- pokvarena zrna;
- zrna korovskog bilja;
- nečistoće organskog porekla;
- nečistoće neorganskog porekla;
- primese životinjskog porekla.

Izdvoje se i sva zelena, odnosno nedozrela zrna.

Tako očišćen uzorak prosejava se 30 sekundi kroz sito sa okruglim otvorima prečnika 5 mm. Zrna koja propadnu kroz takvo sito su štura i lomljena zrna. Šturim zrnima se dodaju i prethodno ručno izdvojena zelena, odnosno nedozrela zrna.

Izračunavanje

Sve izdvojene primese i očišćeni ostatak sa sita okruglih otvora prečnika 5 mm izmere se sa tačnošću od 0,01 g.

Ako zbir masa primesa i očišćenog ostatka odstupa od polazne mase redukovano uzorka za više od 0,5%, analiza se mora ponoviti na drugom uzorku.

Količina svih primesa izražava se u procentima na polaznu masu redukovano uzorka.

Izračunavanje se vrši sa tačnošću od 0,1%, osim za nečistoću neorganskog porekla, za koju tačnost iznosi 0,01%.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva određivanja koja su izvršena paralelno ili ubrzo jedno za drugim za određivanje ukupnih primesa ne sme biti veća od 10%.

4. Određivanje količine primesa u pšenici za preradu

Princip

Princip se zasniva na izdvajanju i merenju primesa iz uzorka pšenice za preradu.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) razdeljivač uzorka;
- 2) analitička vaga, tačnosti 0,01 g;
- 3) sita sa otvorima dimenzija 1 · 25 mm i 2 · 25 mm, ručna, vibraciona ili sita-tresilice, prikazane na slikama 8 i 9 (u prilogu).

Pripremanje uzorka

Količina primesa ("nečistoće organskog porekla" i "neorganske primese") određuje se na uzorku za ispitivanje (a) koji iznosi najmanje 500 g. Sve ostale primese određuju se na poduzorku (c) koji iznosi 50 do 100 g, a izdvaja se iz uzorka za ispitivanje pomoću razdeljivača ili postupkom četvrtanja.

Postupak

Odmeri se najmanje 500 g uzorka za ispitivanje (a) sa tačnošću 0,1 g i prosejava kroz sito sa otvorima dimenzija 1 · 25 mm. Sejanje se vrši ručno, ravnomernim pokretanjem sita sleva nadesno i nazad u pravcu dužine otvora sita. Sejanje uzorka traje najmanje 30 sec. Nečistoća koja se zadrži u otvorima sita mora se vratiti u masu uzorka pšenice koja nije propala kroz sito. Posle svakog sejanja, svi delovi sita moraju se očistiti.

Iz ostatka na situ izdvajaju se krupne neorganske primese (kamenčići, grudvice zemlje i sl.) i krupna nečistoća organskog porekla (slama, pleva i sl.).

Krupne neorganske primese mere se zajedno sa neorganskim primesama koje su propale kroz sito. Zajedno sa ostalim nečistoćama organskog porekla mere se i delovi insekata, insekti i grinje.

Ako su insekti iz grupe žitnih štetočina, podaci za njih se daju odvojeno u komadima/kg pšenice.

Iz ostatka na situ sa otvorima dimenzija 1 · 25 mm pomoću razdeljivača uzorka ili postupkom četvrtanja, izdvaja se poduzorak (c) i odmeri sa tačnošću 0,1 g. Poduzorak se rasprostire po stolu u tankom sloju i pomoću pincete se izdvoje sledeće primese:

- druga žita (d);
- proklijala zrna (e);
- nagrižena zrna (f);
- glavica raži (h);
- pokvarena zrna (i);
- glavničava zrna (j);
- zrna oštećena veštačkim sušenjem (k).

Izdvoje se i sva zelena, odnosno nedozrela zrna.

Ako se u poduzorku nalaze delovi klasa ili zrna pšenice u plevicama, ta zrna se oljušte rukom. Ti delovi klasa i plevice dodaju se nečistoćama organskog porekla.

Tako očišćen poduzorak prosejava se kroz sito sa otvorima dimenzija 2 · 25 mm. Prosejavanje se vrši ravnomernim pokretanjem sita sleva nadesno i natrag, u pravcu dužine otvora sita, i sejanje traje najmanje 30 sec. Zrna koja prođu kroz sito su štura i lomljena zrna (1). Šturim zrnima se dodaju i prethodno ručno izdvojena zelena, odnosno nedozrela zrna.

Zrna koja se zadrže u otvorima moraju se vratiti u masu pšenice koja nije propala kroz sito. Posle svakog sejanja svi delovi sita se moraju očistiti.

Izračunavanje

Sve primese i očišćeni ostatak (m) sa sita sa otvorima 2 · 25 mm, izmere se sa tačnošću od 0,01 g. Kad u jednom poduzorku zbir masa primesa (d), (e), (f), (h), (i), (j) i (k) i očišćenog ostatka (m) odstupa od mase poduzorka (c) za više od 0,5% mora se analizirati novi poduzorak.

1) "Nečistoća organskog porekla" (A) izražava se u procentima i izračunava se po sledećoj formuli:

$$A = (b_1/a) \cdot 100$$

gde je:

a - masa uzorka za ispitivanje, u gramima;

b₁ - masa nečistoće organskog porekla, u gramima.

2) "Neorganke primese" (V) izražavaju se u procentima i izračunavaju se po sledećoj formuli:

$$V = (b_2/a) \cdot 100$$

gde je:

a - masa uzorka za ispitivanje, u gramima;

b₂ - masa neorganskih primesa, u gramima.

3) Ostale vrste primesa (S) označene od (d) do (k) izražavaju se u procentima i izračunavaju se po sledećoj formuli:

$$S = H \cdot [(a-b)/(a \cdot s)] \cdot 100$$

gde je:

H - masa odgovarajuće vrste primesa, u gramima;

a - masa uzorka za analizu, u gramima;

b - masa "nečistoća organskog porekla" i "neorganskih primesa" (b₁ + b₂), u gramima;

s - zbir masa od (d) do (m), u gramima.

Izračunavanje se vrši sa tačnošću 0,01%, a podaci u izveštaju daju se sa tačnošću od 0,1%, izuzimajući vrstu "korovsko seme", "glavnica raži", "glavničava zrna", za koje se podaci daju sa tačnošću od 0,01%.

Primer za izračunavanje primesa:

a = 800 g (masa uzorka za analizu);

b₁ = 2,00 g (masa organskih nečistoća, izdvojenih iz (a));

A = procent organskih nečistoća;

$$A = (2/800) \cdot 100 = 0,25\%$$

a = 800 g;

b₂ = 1,2 g (masa neorganskih nečistoća izdvojenih iz (a));

V = procent neorganskih nečistoća;

$$V = (1,2/800) \cdot 100 = 0,15\%$$

c = 80 g (masa poduzorka);

m = 70,00 (masa ostatka zrna posle izdvajanja svih primesa uz poduzorak);

s = 79,5 g (zbir masa svih primesa izdvojenih iz poduzorka i mase m);

l = 2,5 g (masa lomljenih i šturih zrna);

L = procent lomljenih i šturih zrna;

$$L = 2,5 \cdot [(800-3,2)/(800 \cdot 79,5)] : 100$$

L = 3,1%.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva određivanja koja su izvršena paralelno ili ubrzo jedno za drugim za određivanje ukupnih primesa ne sme biti veća od 10% od ukupnih primesa.

5. Određivanje količine primesa u pirinču

Princip

Princip se zasniva na odvajanju i merenju primesa iz uzorka pirinča.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) razdeljivač uzorka;
- 2) analitička vaga;
- 3) pinceta;
- 4) sito.

Postupak

Odmeri se 250 g uzorka (a) sa tačnošću 0,1 g, i proseje kroz sito čiji su otvori dimenzija 1 mm · 25 mm u trajanju od najmanje 30 sekundi. Ako je sejanje ručno, sito se ravnomerno pokreće sleva nadesno i nazad, u smeru dužine otvora sita.

Propad kroz sito sa prorezima dimenzija 1 mm · 25 mm (b) izmeri se sa tačnošću od 0,01 g i označi kao "nečistoća stranog porekla".

Delovi insekata i žitne štetočine priključuju se izdvojenim nečistoćama stranog porekla, ali se podaci o njima prikazuju odvojeno, u kom/kg pirinča.

Iz ostatka na situ sa prorezima zapremine 1 mm. · 25 mm, pomoću razdeljivača uzorka ili postupkom četvrtanja, izdvoji se uzorak za analizu, mase oko 100 g i meri sa tačnošću od 0,1 g. Uzorak za analizu rasprostire se u tankom sloju po stolu i pomoću pincete se izdvoje sledeće vrste oštećenih zrna i zrna drugih žita:

- strna žita (s);
- druga sorta pirinča (d);
- požutela zrna (ili tamnomrka zrna kod parboiled-pirinča (e);
- kredasta ili nezrela zrna (f);
- zrna sa crvenom prugom (g);
- lomljena zrna manja od 2/3 veličine zrna (h);
- lomljena zrna manja od 1/3 veličine zrna (i);
- izgrižena zrna (j);
- pokvarena zrna (k);
- delovi pirinča (l);
- pleva i plevica (m).

Izračunavanje

Sve vrste izdvojenih primesa i očišćeni ostatak sa sita dimenzija otvora do 1 mm · 25 mm (n) izmeri se sa tačnošću od 0,01 g. Kad u uzorku za analizu zbir od s do n odstupa od vrednosti c za više od 0,5%, mora se ispitati novi uzorak.

Procent nečistoća stranog porekla izračunava se na sledeći način:

$$\text{procent nečistoća } A = (b/a) \cdot 100$$

gde je:

a - masa uzorka, u gramima;

b - masa nečistoća stranog porekla, u gramima.

Procent oštećenih zrna i zrna drugih žita (c do m) izračunava se na sledeći način:

procent oštećenih zrna i drugih žita

$$B = X_i [(a-b)/(a \cdot s)] \cdot 100$$

gde je:

X_i - masa odgovarajuće vrste primesa, u gramima;

a - masa uzorka, u gramima;

b - masa nečistoće stranog porekla, u gramima;

s - zbir mase (od c do m).

Rezultati se prikazuju sa dve decimale, a tačnost mora iznositi 0,1%.

Ponovljivost

Pri paralelnim određivanjima na istom uzorku, odstupanje u sadržaju ukupnih primesa ne sme biti veće od 10%.

6. Određivanje zapreminske mase žita

Princip i primena

Princip se zasniva na određivanju zapreminske mase žita izražene u kg/mg³. Primenjuje se na sve vrste žita, a za pšenicu se svodi na 13% vode.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) Šoperova vaga zapremine 0,250 l, sa delovima koji joj pripadaju;
- 2) tablica za očitavanje mase, a za kukuruz se koriste tablice za očitavanje vrednosti za ječam.

Postupak

Pre početka rada proveriti se tačnost Šoperove vage tako što se na jednu stranu obesi merni cilindar u kome se nalazi klip, a na drugu tas za stavljanje tegova. Zatim se merni cilindar skinu sa vage i iz njega se izvadi klip. Cilindar se stavi na postolje, a zatim se kroz njegov prorez uvlači nož na koji se stavi klip. Na merni cilindar se učvrsti cev za nasipanje. Na taj način vaga je pripremljena za rad.

Uzorak za ispitivanje rasprostire se po površini stol i podeli postupkom četvrtanja. Zatim se iz svih kvadrata lopaticom uzima jednaka količina žita i stavlja u cev za nasipanje, do urezane crte. Sa odstojanja od 4 cm od vrha cilindra žito iz cevi sipa se takvom brzinom da se cilindar zapremine 0,250 l napuni za 8 sec. Ako je Šoperova vaga snabdevena levkom, vreme nasipanje se automatski reguliše. Mlaz žita mora padati u sredinu cilindra, a žito se ne sme poravnavati sa rubom cilindra. Pridržavajući merni cilindar, nož se brzo, ali bez potresa, izvuče, pri čemu klip, zajedno sa žitom iznad njega, naglo pada na dno mernog cilindra. Tada se nož ponovo uvuče u prorez, žito iznad njega se potpuno ukloni, nož se izvuče, a merni cilindar se obesi na vagu i meri.

Izračunavanje

Za dobijenu, odnosno očitanu masu zrna žita, iz tablice se pročita vrednost izražena u kilogramima. Dobijena vrednost se pomnoži sa 10 i dobija se zapreminska masa izražena u kg/m³.

Zapreminska masa preračunava se na vlagu od 13% prema sledećoj formuli:

$$m = [(m_1 - 680) \cdot (13,0 - V)] / 30,0 - V$$

gde je:

m - zapreminska masa, obračunata na vlagu od 13%;

m₁ - zapreminska masa, kg/m³ (vrednost iz tablice 10);

V - sadržaj vlage pšenice, u procentima.

Rezultati ispitivanja izražavaju se jednom decimalom.

Ponovljivost

Razlika između dva paralelna određivanja, koja je istovremeno ili jedno za drugim izveo isti analitičar, može iznositi najviše 1 g.

7. Određivanje mase 1000 zrna

Primena

Metoda se primenjuje za određivanje mase 1000 zrna.

Masa 1000 zrna predstavlja masu suve materije 1000 neoštećenih zrna žita.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) razdeljivač uzorka;
- 2) aparat pogodan za brojanje (npr. brojač sa fotočelijom), a u nedostatku aparata brojanje se može vršiti ručno;
- 3) tehnička vaga;
- 4) pinceta.

Postupak

Od uzorka za ispitivanje, aparatom za brojanje ili ručno odbroji se dva puta po 500 celih zrna bez primesa, izmeri se sa tačnošću 0,1 g i vrednosti se saberu.

Izračunavanje

Masa 1000 zrna izračunava se po sledećoj formuli:

$$M = [m \cdot (100 - V)]/100$$

gde je;

M - masa suve materije 1000 zrna žita;

m - masa 1000 zrna sa prirodnom vlagom, u gramima;

V - sadržaj vlage u zrnu žita, u procentima.

Ponovljivost

Razlika između mase 500 zrna s prirodnom vlagom može iznositi do 5% srednje vrednosti dva određivanja za žito čija je masa 1000 zrna do 100 g, a za žita čija je masa 1000 zrna veća od 100 g, razlika može iznositi 10%.

Napomena: Ako uzorak sadrži oljuštena i neoljuštena zrna, treba ih odvojiti posebno i odrediti masu 1000 zrna za obe grupe posebno.

8. Određivanje količine vode u žitu i mlinskim proizvodima (rutinska metoda)

Princip i primena

Metoda se primenjuje za određivanje količine vode u žitu i mlinskim proizvodima, osim u kukuruzu. Princip se zasniva na mlevenju uzorka žita, po potrebi kondicioniranja i sušenja uzorka na temperaturi od 130 do 133 °S. Gubitak mase izražen u procentima, označava količinu vlage u uzorku.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) analitička vaga (minimalna tačnost ± 0,001 g);
- 2) laboratorijski mlin izrađen od materijala koji ne apsorbuje vlagu, koji se lako čisti i omogućuje brzo i ravnomerno sitnjenja bez osetnog zagrevanja, koji, što je moguće više, sprečava dodir žita sa spoljnim vazduhom i koji se može regulisati prema zahtevima za dobijanje određene veličine čestica;
- 3) metalne posudice za sušenje, sa poklopcem, otporne na koroziju, a u slučaju nedostatka metalnih posudica mogu se koristiti i staklene posudice s poklopcem, koje omogućavaju takvu raspodelu uzorka da 1 cm² sadrži 0,3 g supstancije;
- 4) električna sušnica sa regulacijom temperature i podešavanjem temperature od 130 do 133 °S, tako da temperatura između pregrada na kojima su uzorci mora iznositi 130 do 133 °S. Sušnica mora imati takav toplotni kapacitet da prethodno regulisana na temperaturi od 131 °S može dostići temperaturu za manje od 45 minuta. Strujanje toplog vazduha u sušnici treba da bude takvo da se uzorci ravnomerno suše i da posle sušenja, koje traje 1,2 h, razlika u količini vode osušenih uzoraka ne sme biti veća od 0,15 g za uzorak od 100 g;
- 5) eksikator sa efikasnim sredstvom za sušenje.

Pripremanje uzorka

1. Proizvodi koji se ne moraju mleti

Uzorak koji u masi sadrži 90% čestica prečnika manjeg od 1 mm, a 10% čestica prečnika manjeg od 1,7 mm, pre određivanja količine vode ne mora se samleti.

Pre određivanja, uzorak se mora dobro izmešati.

Mlinski proizvodi, kao što su mekinje i klice, ne moraju se mleti.

2. Proizvodi koji se moraju mleti

Kad čestice proizvoda ne odgovaraju navedenim granulometrijskim karakteristikama navedenim u tački 1. (pripremanje uzorka), potrebno je da se proizvod samelje bez kondicioniranja ili sa kondicioniranjem.

3. Mlevenje proizvoda bez prethodnog kondicioniranja

Proizvodi koji sadrže između 7 i 17% vode (m/m), a kod ovsa do 15% (m/m), melju se bez kondicioniranja.

Laboratorijski mlin se podesi tako da se dobiju čestice veličine koja je data u tački 1 - pripremanje uzorka ove metode. Mala količina uzorka samelje se i odbaci. Zatim se brzo samelje količina uzorka koja treba da bude malo veća od količine potrebne za analizu. Samleveni uzorak se stavi u prethodno osušenu posudu sa poklopcem i meri sa tačnošću 0,001 g.

4. Mlevenje proizvoda s prethodnim kondicioniranjem

Proizvodi koji sadrže količinu vode veću od 17% (m/m) ili manju od 7% (m/m) kondicioniraju se tako što se količina vode svede između 7 i 17% (m/m) pre mlevenja.

Ako je količina vode veća od 17% (m/m), a kod ovsa 15%, uzorak se mora prethodno osušiti. Odmeri se količina uzorka koja će posle sušenja biti malo veća od količine potrebne za analizu i suši se, u tankom sloju, 7 do 10 minuta (na temperaturi 130 - 133 °S) i hladi 2 h na sobnoj temperaturi, u posudi za sušenje sa otvorenim poklopcem.

Ako je količina vode manja od 7% (m/m), odmeri se količina uzorka koja će posle kondicioniranja biti nešto veća od količine potrebne za analizu i ostavi na sobnoj temperaturi sve dok količina vode ne bude u navedenom rasponu od 7 do 17%, a kod ovs - 15%.

Posle kondicioniranja, uzorak se odmeri sa tačnošću 0,001 g i odmah se melje u mlinu do određene granulacije navedene u tački i (pripremanje uzorka).

Postupak

Od pripremljenog i usitnjenog uzorka odmeri se 5 do 6 g u prethodno osušenu izmerenu posudu sa poklopcem i meri sa tačnošću 0,001 g. Posuda sa uzorkom i poklopcem (otvorena) unese se u sušnicu i ostavi 90 minuta. Vreme sušenja računa se od trenutka kad temperatura sušnice posle stavljanja posude dostigne 130 do 133 °S.

Posle sušenja, posuda se brzo izvadi, pokrije poklopcem i stavi u eksikator. Kad se uzorak ohladi, izmeri se sa tačnošću 0,001 g.

Pri ispitivanju svakog uzorka vrše se dva paralelna određivanja.

Izračunavanje

Količina vode izražava se u procentima mase uzorka i izračunava po sledećoj formuli:

a) uzorak bez prethodnog kondicioniranja

$$\text{količina vode (u \%)} = [(m_0 - m_1)/m_0] \cdot 100$$

gde je:

m_0 - masa uzorka, u gramima;

m_1 - masa uzorka nakon sušenja, u gramima;

b) uzorak s prethodnim kondicioniranjem

$$\text{količina vode (u \%)} = (m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \frac{100}{m_2} = 100 \left(1 - \frac{m_1 m_3}{m_0 m_2}\right)$$

gde je:

m_0 - masa uzorka, u gramima;
 m_1 - masa uzorka posle sušenja, u gramima;
 m_3 - masa uzorka posle kondicioniranja, u gramima.

Kao rezultat uzima se srednja vrednost dva određivanja ako su ispunjeni zahtevi u pogledu ponovljivosti.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva određivanja izvršena uporedo ili ubrzo jedno za drugim ne sme preći 0,15 g vode u 100 g uzorka.

9. Određivanje količine vode u kukuruzu (rutinska metoda)

Princip se zasniva na sušenju samlevenog zrna osušenog na vazduhu u sušnici pri temperaturi od 105 °C za vreme od 3 h. Gubitak mase, izražen u procentima, označava količinu vode. Metoda se primenjuje pri određivanju vode u zrnu kukuruza.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) analitička vaga (minimalna tačnost $\pm 0,001$ g);
- 2) metalne posudice za sušenje, s poklopcem, otporne na koroziju, sa poklopcem koji dobro prijanja uz posudicu, prečnika 50 do 60 mm i minimalne visine 25 mm;
- 3) električna sušnica, sa regulacijom i podešavanjem temperature na $105 \text{ }^\circ\text{S} \pm 2 \text{ }^\circ\text{S}$;
- 4) eksikator sa efikasnim sredstvom za sušenje;
- 5) mlin za mlevenje uzorka, sa sitom kvadratnih otvora 1 mm^2 .

Pripremanje uzorka (kondicioniranje)

Ako je količina vode veća od 17% (m/m) uzorak se mora delimično osušiti. Odmeri se masa uzorka koja će posle sušenja biti malo veća od 5 g, suši se 7 do 10 min i hladi 2 h na sobnoj temperaturi u posudi za sušenje sa otvorenim poklopcem.

Ako je količina vode manja od 7% (m/m) odmeri se masa uzorka koja će posle sušenja biti malo veća od 5 g i ostavi na sobnoj temperaturi sve dok količina vode ne bude u pomenutom rasponu od 7 do 17%.

Postupak

Uzorak se samelje tako da prolazi kroz sito kvadratnih otvora 1 mm. U odmerne prethodno osušene posudice odmeri se 5 do 6 g uzorka, sa tačnošću 0,001 g, i unese u sušnicu. Poklopac se skine i ostavi pored posude. sušenje traje oko 3 h od momenta kad temperatura sušnice dostigne 105 °S posle unošenja posudica. Posle sušenja, posudice se pokrivaju poklopcem i stavljaju u eksikator. Posle hlađenja koje traje 30 do 45 min posudice se izmere sa tačnošću od 0,001 g.

Izračunavanje

Količina vode izražava se u procentima mase i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{količina vode (u \%)} = (m_1 - m_2) \cdot (100/m_1 - m_0)$$

gde je:

- m_0 - masa prazne posude sa poklopcem, u gramima;
 m_1 - masa uzorka sa posudom i poklopcem pre sušenja, u gramima;
 m_2 - masa uzorka sa posudom i poklopcem posle sušenja, u gramima.

Kao rezultat uzima se srednja vrednost dva određivanja ako su ispunjeni zahtevi u pogledu ponovljivosti, a rezultat se izražava sa jednom decimalom.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva određivanja izvršena uporedo ili ubrzo jedno za drugim ne sme preći 0,2 g vode u 100 g uzorka.

10. Određivanje količine pepela u žitu i mlinskim proizvodima

Princip i primena

Princip se zasniva na spaljivanju uzorka na temperaturi od $900 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ i merenju dobijenog ostatka.

Metodi se primenjuju pri određivanju pepela u žitu i mlinskim proizvodima namenjenim za ljudsku ishranu.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) mlin za usitnjavanje zrna, koji se lako čisti i koji brzo melje, bez osetnog zagrevanja mlina;
- 2) posuda za spaljivanje, ravnog dna, od platine, kvarca ili porculana, prečnika 50 do 55 mm i visine 15 do 20 mm;
- 3) ploča s električnim zagrevanjem ili Bunzenov plamenik;
- 4) mufolna peć s regulatorom temperature i dovoljnim strujanjem vazduha;
- 5) eksikator sa tubusom i perforiranom pločom od porculana ili aluminijuma, koji je snabdeven efikasnim sredstvom za sušenje (npr. kalcijom-hlorid, fosfor-pentoksid ili silikagel);
- 6) analitička vaga, s tačnošću od 0,0001 g;
- 7) termorezistentna ploča.

Pripremanje uzorka

U mlin se stavi nekoliko grama uzorka u zrnju, samelje i baci. Zatim se odmeri najmanje 25 g i usitni na mlinu dok prečnik čestica ne bude manji od 1,7 mm, pri čemu treba da bude manje od 10% čestica prečnika većeg od 1,0 mm i više od 50% čestica prečnika manjeg od 0,5 mm.

Za mlinske proizvode čije su čestice manje ili jednake 1,7 mm, od kojih je najmanje 10% čestica (m/m) većih od 1 mm i 50% čestica (m/m) manjih od 0,5 mm nije potrebno mlevenje.

Očišćene posude za sagorevanje žare se u mufolnoj peći pri temperaturi od $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ do konstantne mase (najčešće oko 15 min), hlade u eksikatoru najmanje 1 h do sobne temperature i izmere sa tačnošću 0,0001 g.

Postupak

Od pripremljenog (samlevenog) uzorka odmeri se 5 do 6 g i rastresito rasprostre u sloju jednake debljine u izžarene i izmerene posude za spaljivanje, ako se očekuje da će sadržaj pepela u suvoj materiji biti manji od 1%, a ako se očekuje da će vrednost pepela biti iznad 1%, uzima se 2 do 3 g. (Posle merenja uzorka za određivanje pepela meri se i uzorak za određivanje vode).

Da bi se postiglo ujednačeno sagorevanje proizvoda, sadržaj posude, neposredno pre sagorevanje se može navlažiti, sa 2 do 2 ml etanola.

Posuda sa odmernim uzorkom najpre se zagreva na početnom delu mufolne peći ili na električnoj grejnoj ploči ili na Bunzenovom plameniku.

Treba nastojati da se pri sagorevanju ne pojavi plamen i sagorevanje nastaviti do potpunog ugljenisanja. Čim se sadržaj u posudi ugljeniše, posuda se pažljivo unosi u mufolnu peć, prethodno zagrejanu do temperature od $550 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$. U peći mora biti obezbeđeno

strujanje vazduha i kad su vrata zatvorena ali ne toliko jako da odnosi delove supstancije iz posude.

Za uzorak koji sadrži manje od 1% (m/m) pepela, sagorevanje mora biti završeno za 2 h pri temperaturi od 900 °C. Sagorevanje se smatra završenim kad je ohlađeni ostatak bele boje. Kad se sagorevanje završi, posuda se izvadi iz peći i hladi 1 min na termorezistentnoj ploči, a zatim se stavi u eksikator da se ohladi do sobne temperature. Zbog higroskopnosti pepela, uzorak se brzo izmeri, sa tačnošću 0,001 g. Postupak zagrevanja, hlađenja i merenja ponavlja se sve dok se dobije konstantna masa, odnosno da razlika dva uzastopna merenja između dodatnog spaljivanja (za vreme od 1 h) ne bude veća od 0,0002 g.

Na istom uzorku izvode se najmanje dva određivanja.

Izračunavanje

Količina pepela izražava se u procentima mase u odnosu na suhu materiju i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{količina pepela (\% m/m)} = m_1 \cdot (100/m_0) \cdot (100/100 - V)$$

gde je:

m_0 - masa uzorka za ispitivanje, u gramima;

m_1 - masa ostatka, u gramima;

V - količina vode, izražena u procentima, u uzorku koji se ispituje.

Kao rezultat uzima se aritmetička sredina dva određivanja ako su zadovoljeni uslovi ponovljivosti.

Rezultat se izražava sa dve decimale.

Ponovljivost

Pri paralelnim određivanjima na istom uzorku odstupanje u količini pepela ne sme biti veće od:

0,02 (apsolutne vrednosti) ako je količina pepela manja od 1% (m/m);

2% srednje vrednosti ako je količina pepela veća od 1% (m/m).

Ako su navedene granice prekoračene, ispitivanje se mora ponoviti sa dva paralelna određivanja.

11. Određivanje količine pepela nerastvorljivog u hlorovodoničnoj kiselini (peska) u mlinskim proizvodima

Princip i primena

Princip se zasniva na tretiranju pepela pomoću 10%-nog rastvora hlorovodonične kiseline uz zagrevanje, pri čemu se deo sastojaka pepela rastvara, a pesak koji ostaje nerastvoren, odvoji se ceđenjem, žari i meri.

Metoda se primenjuje pri određivanju peska u mlinskim proizvodima.

Pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, koriste se i:

- 1) graduisana pipeta;
- 2) menzura, zapremine 10 ml;
- 3) levak, prečnika 4 cm do 5 cm;
- 4) vodeno kupatilo;
- 5) peć za žarenje;
- 6) eksikator sa sredstvom za sušenje;
- 7) čaša, zapremine 100 ml.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) 10%-ni rastvor hlorovodonične kiseline: odmeri se 27,7 ml koncentrovane HCl (37% = 1,19 g/ml) i doda 73 ml destilovane vode;
- 2) 1%-ni rastvor srebro-nitrata: odmeri se 1 g AgNO₃ i doda 99 ml vode.

Pripremanje uzorka

U izžarenu posudu za spaljivanje odmeri se usitnjeni 5 do 6 g uzorka i rastresito rasporedi u sloju jednake debljine.

Posuda sa odmerenim uzorkom najpre se zagreva na početnom delu mufolne peći, koja je prethodno zagrejana na temperaturu 550 °S ± 10 °S dok se supstancija zapali. Posle gašenja plamena, posuda za spaljivanje stavi se pažljivo u mufolnu peć, koja se podesi na temperaturi 550 °S ± 10 °S. Sagorevanje se smatra završenim kad je ohlađeni ostatak bele boje. Kad se sagorevanje završi, posuda se izvadi iz peći i hladi 1 min na termorezistentnoj ploči, a zatim stavi u eksikator da se ohladi do sobne temperature i izmeri sa tačnošću od 0,0001 g.

Postupak zagrevanja, hlađenja i merenja ponavlja se dok se dobije konstantna masa, odnosno dok razlika dva uzastopna merenja između dodatnih spaljivanja (za vreme od 1 h) ne bude veća od 0,0002 g.

Postupak

U posudu sa pepelom koji je dobijen sagorevanjem uzorka pri temperaturi od 550 °S ± 10 °S doda se 10 ml 10%-nog rastvora HCl i pola časa zagreva na vodenom kupatilu. Zatim se dekantuje na levak sa filtrir-papirom. Ostatak se nekoliko puta ispira vodom u posudi radi kvantitativnog prenošenja i svaki put dekantuje preko istog filtrir-papira, koji se posle toga ispira vodom sve dok se pomoću rastvora srebro-nitrata ne utvrdi da filtrat više ne daje pozitivnu reakciju na hloride. Filtrir-papir, zajedno sa talogom, vrati se u posudu za žarenje, osuši na vodenom kupatilu, zatim sagoreva u peći za žarenje. Posle hlađenja u eksikatoru, ostatak se izmeri.

Izračunavanje

Količina peska u brašnu izražava se u procentima mase i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{količina peska (u \%)} = [(m_1 - m_2)/m] \cdot 100$$

gde je:

m_1 - masa posude sa netopivim ostatkom u 10%-noj HCl (pesak), u gramima;

m_2 - masa prazne i žarene posude, u gramima;

m - masa odmerenog uzorka, u gramima.

Ponovljivost

Pri paralelnom određivanju na istom uzorku odstupanje u količini pepela nerastvorljivog u hlorovodoničnoj kiseline ne sme biti veće od:

0,02 (apsolutne vrednosti) ako je količina peska manja od 1% (m/m);

2% srednje vrednosti ako je količina peska veća od 1% (m/m).

12. Određivanje količine sirovih proteina u žitu i mlinskim proizvodima (makropostupak)

Princip i primena

Princip se zasniva na zagrevanju i razaranju organske supstancije sa sumpornom kiselinom, u prisustvu katalizatora. Izdvojeni azot se prevodi u amonijak i vezuje sa kiselinom kao amonijum-sulfat.

Dodatkom natrijum-hidroksida ponovo se oslobađa azot i destiliše u sud u kome se nalazi određena količina kiseline poznate koncentracije. Završnom titracijom utvrđuje se količina preostale kiseline.

Od dobijene količine azota, uz pomoć korektivnog faktora, izračunava se ukupna količina sirovih proteina.

Metoda se primenjuje pri određivanju sirovih proteina u žitu i mlinskim proizvodima.

Pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme koriste se i:

- 1) aparat za destilaciju, po Kjeldalu;
- 2) mlin za fino usitnjavanje uzoraka;
- 3) tikvica za razaranje, po Kjeldalu, zapremine 500 ml;
- 4) analitička vaga, opsega merenja od 100 g do 160 g, osetljivosti 0,0001 g;
- 5) konusna erlenmajer-tikvica zapremine 300 ml;
- 6) rešo za razaranje, sa šest mesta (u digestoru);
- 7) levkovi, prečnika 3 cm;
- 8) birete, zapremine 25 ml sa podelom od 0,05 ml i od 0, 1ml.

Reagensi

Kao reagenski se koriste:

- 1) koncentrovana sumporna kiselina H_2SO_4 , bez primesa azota (tehnička);
 - 2) katalizator (1 deo K_2SO_4 : 10 delova $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$) r.a.
- Obe supstancije treba dobro raspršiti i homogenizovati u tarioniku;
- 3) 33%-ni natrijum-hidroksid, bez primesa azota (tehnički) 20 = 1,35 g/ml;
 - 4) rastvor sumporne kiseline, $c(1/2 H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$;
 - 5) rastvor natrijum-hidroksida, $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$;

6) kombinovani indikator: 0,1 g metil-crvenog usitni se u tarioniku sa približno 20 ml 96%-nog etanola. Rastvor se dekantuje u čašu zapremine 200 ml. Cela operacija se ponavlja dok se sav indikator metil-crvenog ne rastvori i prenese u čašu. Na čašu se postavi levak i preko njega unese 0,15 g brom-krezol-zelenog. Levak se zatim ispere i čaša do marke dopuni etanolom. Prelazak iz crvenog u zeleno je pri rN vrednosti 5,1. Indikator je pogodan za rad i pod električnim osvetljenjem, a ne samo pri dnevnoj svetlosti.

Postupak

Ako je uzorak u zrnu, usitnjava se najpre u mlinu za fino usitnjavanje, a zatim se odmeri približno 1 g i kvantitativno prenese u tikvicu za razaranje, zapremine 500 ml. Zatim se doda 7 do 10 g pripremljenog katalizatora i pažljivo se usipa oko 20 do 25 ml koncentrovane sumporne kiseline. Na tikvice za razaranje postave se mali levkovi (da bi se sprečilo eventualno prskanje kapi smeše izvan tikvice). Masa u tikvici se pažljivo promućka i postavi na rešo za razaranje. Razaranje se vrši do pojave svetlozelene boje, produži se još 15 minuta, a zatim se boca ohladi. Doda se oko 100 ml destilovane vode i ponovo hladi.

Boca za razaranje priključi se na destilacioni uređaj. Proveri se da li svi ventili i spojevi na aparatu dobro zaptivaju. Posle toga se doda oko 80 ml 33%-ne NaOH, odnosno dok se pojavi tamnoplava ili mrka boja. Ventil se zatvori i uključi se destilacioni aparata. Tokom destilacije

oslobođeni amonijak se uvodi u konusnu tikvicu, zapremine 300 ml, u kojoj se nalazi 25 ml 0,1 mol/l rastvora H₂SO₄ i vezuje se kao amonijum-sulfat. Posle 25 minuta (kad se dobije oko 150 do 170 ml destilata), destilacija se prekida. Višak sumporne kiseline u konusnoj tikvici, uz dodatak tri kapi kombinovanog indikatora, titra se rastvorom 0,1 mol/l NaOH.

Izračunavanje

Količina azota (N) izražava se u procentima i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{količina azota (N\%)} = [(a-a_1)-(b-b_1) \cdot 0,0014008 \cdot 10.000]/m$$

Količina sirovih proteina izražava se u procentima na suhu materiju i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{količina sirovih proteina (u \%)} = (N \cdot F \cdot 100)/100 - V$$

gde je:

a - količina utrošenih mililitara H₂SO₄ za analizu;

a₁ - količina utrošenih mililitara H₂SO₄ za slepu probu;

b - količina utrošenih mililitara NaOH za analizu;

b₁ - količina utrošenih mililitara NaOH za slepu probu;

m - odmerna količina uzorka, u gramima;

V - količina vlage ispitivanog uzorka;

F - 5,7 (faktor za izračunavanje sadržaja proteina za pšenicu i mlinske proizvode od pšenice, a za ostale vrste žita i proizvode faktor je 6,25).

Ponovljivost

Razlika između dva paralelna određivanja koja je istovremeno ili jedno za drugim izveo isti analitičar može iznositi 0,2 jedinice apsolutne vrednosti.

13. Određivanje sedimentacione vrednosti u pšenici za preradu (po Zeleniju)

Princip i primena

Princip se zasniva na usitnjavanju i prosejavanju pšenice, a zatim suspenziji u rastvoru mlečne kiseline za određeno vreme. Suspenzija se taloži i, posle utvrđenog vremena, očita se zapremina taloga koja predstavlja sedimentacionu vrednost.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

1) laboratorijski mlin za dobijanje mlina za utvrđivanje sedimentacije (domaće proizvodnje ili Brabenderov mlin);

2) bireta, zapremine 15 za kvašenje pšenice;

3) pipeta, zapremine 50 ml, odnosno 25 ml (pipeta treba da isprazni za manje od 10, odnosno 15 sekundi);

4) posude za kvašenje pšenice, zapremine 500 ml;

5) merni cilindri, zapremine 100 ml, sa zatvaračima od teflona ili stakla, po mogućstvu od staklenih cevi, sa preciznim kalibriranjem, na kojima udaljenost od nulte crte do linije za 100 ml iznosi 180 do 185 mm;

6) signalni sat ili sekundomer;

7) mućkalica sa motornim pogonom (zupčani držač).

Mućkalica dimenzija 58 cm · 32 cm · 5 cm, u sredini ima obrtnu osu koja se na svaku stranu naginje po 30° od horizontalnog položaja, brzinom od približno 40 puta u minutu. Držač je tako ugrađen da drži osam cilindara koji se brzo i sigurno mogu uneti u svoja ležišta dok je mućkalica u pokretu;

8) tehnička automatska vaga, sa opsegom merenja od 500 ili 1000 g i osetljivosti u 0,1 g.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) izopropil-alkohol, 99% do 100%-ni, iz koga treba odstraniti mineralne materije;
- 2) destilovana ili demineralizovana voda.

Voda koja se koristi za pripremanje reagensa i hidrataciju ne sme da sadrži više od 2 mg/kg mineralnih materija;

3) rastvor brom-fenol plavog, 4 mg brom-fenol plavog rastvori se u 1000 ml destilovane vode;

4) osnovni rastvor mlečne kiseline: odmeri se 250 ml 86%-ne mlečne kiseline i dopuni destilovanom vodom do jednog litra. Razblažena kiselina kuva se 6 h, uz povratni hladnjak. Mlečna kiselina treba da bude oslobođena mineralnih materija (da ne sadrži više od 40 mg/kg), i da se čuva na sobnoj temperaturi.

Napomena: Koncentrovana mlečna kiselina sadrži asocirane molekule, koji pri razblaživanju disociraju. Da bi se dobili podudarni rezultati, osnovni rastvor mlečne kiseline mora se dovesti u stanje ravnoteže pre nego što se primeni za test. To se postiže najbolje kuvanjem uz povratno hlađenje, kao što je navedeno, kao i čuvanjem na sobnoj temperaturi.

5) reagens za sedimentacioni test: odmeri se 180 ml osnovnog rastvora mlečne kiseline, izmeša se sa 200 ml izopropil-alkohola i dopuni prokuvanom destilovanom vodom do jednog litra. Ta smeša treba da odstoji 48 časova. Smeša se mora zaštititi od isparavanja.

Pripremanje uzorka

Uzorak pšenice očisti se tako da se otklone sve primese. Izmeri se 100 g očišćene pšenice koja se kvasi vodom tako da sadržaj vlage iznosi 14% i ostavi najmanje 6 h u zatvorenom sudu. Ako se sadržaj vlage pšenice iznosi više od 14%, uzorak se suši u laboratoriji, na sobnoj temperaturi dok se ne postigne željeni procent vlage.

Pšenica se zatim samelje na mlinu i dobije brašno sa sadržajem pepela do 0,6% i veličinom čestica od 150 μ m. Dobijeno brašno, do analize, čuva se u hermetički zatvorenoj posudi najviše 24 h.

Između dva mlevenja mlin se mora dobro očistiti.

Postupak

Odmeri se 3,2 g brašna i stavi u merni cilindar zapremine 100 ml, doda se 50 ml rastvora brom-fenol plavog za hidrataciju i cilindar se zatvori. Istovremeno se postavi i merač vremena. Brašno i reagens se dobro izmešaju na taj način što se začepljeni cilindar mućka u horizontalnom položaju 5 sekundi, i to levo i desno u rasponu od 18 cm, 12 puta u svakom smeru. Tim postupkom brašno se mora potpuno suspendovati. Cilindar se namesti na mućkalicu i mućka 5 min. Cilindar se skine sa mućkalice, dopuni se 25 ml reagensa za sedimentacioni test, zatim se ponovo postavi na mućkalicu i mućka dok ne prođe sledećih 5 min. Cilindar se izvadi iz mućkalice i ostavi upravno tačno 5 min. Posle toga, očita se zapremina sedimenta, u ml, sa tačnošću od 0,1 ml, i ta zapremina predstavlja sedimentacionu vrednost.

Prikazivanje rezultata

Očitana zapremina sedimenta izražava se brojem bez dimenzija.

Ponovljivost

Razlika između dva paralelna određivanja koja je istovremeno ili jedno za drugim izveo isti analitičar može iznositi do dve jedinice.

14. Određivanje količine sirove celuloze u žitu i mlinskim proizvodima po Venderu (Weenderova metoda)

Princip i primena

Princip se zasniva na kuvanju uzorka sumpornom kiselinom i kalijum-hidroksidom određene koncentracije, filtriranju, sušenju i žarenju ostatka.

Metoda se primenjuje pri određivanju sirove celuloze u žitu i mlinskim proizvodima.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) 5%-na sumporna kiselina, titrimetrijski kontrolisana;
- 2) 5%-ni kalijum-hidroksid, titrimetrijski kontrolisan;
- 3) 96%-ni etanol;
- 4) etar;
- 5) 25%-ni natrijum-hidroksid.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) čaša, zapremine 200 ml i 500 ml;
- 2) filtrir-papir S i S 520 ili S i S 5891;
- 3) Bichnerov levak prečnika 7 do 10 cm;
- 4) lončić za žarenje.

Pripremanje uzorka

Uzorak za ispitivanje samelje se tako da čestice prolaza kroz otvore sita od 1 mm₂, a uzorci koji sadrže više od 5% masti na hladno, obezmaste se petrol-etrom.

Postupak

Od pripremljenog uzorka odmeri se 3 g, sa tačnošću 0,001 g, stavi se u čašu zapremine 500 ml, na kojoj je obeležena oznaka za 200 ml, sipa se 50 ml sa 5%-ne sumporne kiseline i 150 ml vode i kuva 30 min uz češće mešanje i dodavanje vode koja ispari. Pri dodavanju vode ne sme prestati ključanje niti se na zidovima smeju zadržavati deliци uzorka. Posle 30 minuta kuvanja čaša se dopuni destilovanom vodom do oznake od 500 ml i ostavi najmanje 6 h. Posle toga, pomoću vakuuma, odstrani se višak tečnosti, a ostatak se neutrališe pomoću 25%-nog natrijum-hidroksida. Uzorak se zatim filtrira preko levka sa platnom i dobro ispere toplom vodom do neutralne reakcije. Ostatak s platna ispere se sa 150 ml vode u čašu zapremine 200 ml i doda 50 ml 5%-nog kalijum-hidroksida i kuvanje ponovi 30 min. Da bi se nivo tečnosti održao na 200 ml, doda se još vode. Vruće se filtrira preko Bichnerovog levka, dobro ispere toplom vodom, zatim tri puta 96%-nim etanolom i na kraju etrom. Ostatak se suši na temperaturi 110 °S do konstantne mase. Izmeri se, i dobijeni rezultat je sirova celuloza u odmernom uzorku. Zatim se ostatak spali i žari na temperaturi 900 °S u toku 30 min. Razlika u masi između sušenog i žarenog uzorka predstavlja količinu sirove celuloze bez pepela.

Izračunavanje

Količina sirove celuloze bez pepela izražava se u procentima i izračunava se po sledećoj formuli:

$$\text{sirova celuloza, u procentima bez pepela} = (m_1 \cdot 100)/m$$

gde je:

m - odvaga uzorka, u gramima,

m_1 - gubitak žarenjem (razlika između sušenog i žarenog ostatka), u gramima.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva paralelna određivanja koja su izvršena ubrzo jedno za drugim ne sme biti veća od 0,05% količine sirove celuloze.

15. Određivanje količine masti po Weibullu i Stoldt u žitu i mlinskim proizvodima

Princip i primena

Princip se zasniva na tretiranju proizvoda hlorovodoničnom kiselinom i ekstrakciji masti organskim rastvaračem, u Soksletovoj aparaturi.

Metoda se primenjuje za određivanje masti u žitu i mlinskim proizvodima.

Pribor

Pored uobičajene laboratorijske opreme, koriste se i:

- 1) laboratorijske čaše zapremine 400 ml i 600 ml;
- 2) graduisana menzura zapremine 100 ml;
- 3) levak prečnika 10 cm;
- 4) aparat po Soksletu s tikvicom zapremine 250 ml;
- 5) filtrir-papir, prečnika 20 cm do 25 cm.

Reagensi i sredstva

Kao reagensi se koriste:

- 1) koncentrovana hlorovodonična kiselina ($\rho_{20} = 1,19$ g/l);
- 2) petrol-etar (tačka ključanja 40 °S do 70 °S);
- 3) plovuće.

Postupak

U čaši zapremine 400 ml odmeri se oko 20 g uzorka, sa tačnošću 0,01 g i pomeša sa 100 ml hladne vode, 60 ml koncentrovane hlorovodonične kiseline i nekoliko komadića plovuće, pa se zagreva 15 minuta na ključalom vodenom kupatilu. Zatim se, preko mrežice, greje na plamenu (uz mešanje štapićem) do ključanja, pokrije sahatnim staklom i kuva oko 20 min, dok se belančevine potpuno ne rastvore. Dolije se još malo vruće vode kojom se ispere sahatno staklo i odmah filtrira kroz vlažni, naborani filtrir-papir. Čaša i filtrir-papir dobro se isperu vodom, filtrir-papir sa ostatkom prenese se na sahatno staklo koje je prekriveno čistim filtrir-papirom i osuši u sušnici, a zatim 1 h ekstrahuje petrol-etrom u aparatu po Soksletu, ako se ispituju mlinski proizvodi. Ekstrakcija žita, pekarskih proizvoda i testenina traje 3 h.

Posle završene ekstrakcije, petrol-etar se otpari, a tikvica sa ostatkom suši 1 h na temperaturi 100 °S, hladi u eksikatoru i meri. Po istom postupku, sušenje se nastavlja do konstantne mase.

Izračunavanje

Količina masti izražava se u procentima i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{količina masti (u \%)} = [(m_1 - m_2) \cdot 100] / m_0$$

gde je:

m_0 - odmerena količina uzorka, u gramima;

m_1 - masa tikvice sa ekstraktom, u gramima;
 m_2 - masa prazne tikvice, u gramima.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva paralelna određivanja izvršena ubrzo jedno za drugim ne sme biti veća od 0,3% u apsolutnoj vrednosti količine masti.

16. Određivanje kiselinskog stepena u žitu i mlinskim proizvodima

Princip i primena

Princip se zasniva na titraciji u 67%-nom etanolu rastvorljivih jedinjenja (koja daju kiselu reakciju) pomoću natrijum-hidroksida, uz indikator fenolftalein.

Primenjuje se pri određivanju kiselinskog stepena u žitu i mlinskim proizvodima.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) laboratorijska čaša, zapremine 100 ml;
- 2) pipete, zapremine 50 ml i 25 ml;
- 3) stakleni levak, prečnika 10 cm;
- 4) sahatno staklo;
- 5) konusna (Erlenmajer) tikvica, zapremine 100 ml;
- 6) filtrir-papir;
- 7) bireta, zapremine 25 ml.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) rastvor natrijumf-hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$: (rastvori se 4 g NaOH u odmernom sudu zapremine 1 l i dopuni vodom do oznake);
- 2) 3%-ni rastvor fenolftaleina u etanolu: rastvori se 3 g fenolftaleina u malo 96%-nog etanola i dopuni 96% etanolom do 100 g. Rastvor se procedi;
- 3) 67 vol % etanola neutralisanog prema fenolftaleinu ($\rho_{20} = 0,893 \text{ g/ml}$): odmeri se 69,8 ml 96 vol % etanola i doda 30,2 ml vode.

Postupak

Odmeri se 10 g brašna (ili prekrupe veličine čestica koje prolaze kroz sito sa otvorima 1 mm), izmeša u čaši zapremine 100 ml sa 50 ml 67%-nog etanola na sobnoj temperaturi i pokrije sahatnim staklom. U toku 5 min sadržaj čaše se intenzivno mućka. Posle toga se filtrira preko naboranog filtrir-papira. Za vreme filtriranja čaša je pokrivena sahatnim staklom da bi se sprečilo isparavanje etanola. Zatim se odmeri 25 ml filtrata, prenese u konusnu tikvicu zapremine 100 ml, doda tri kapi 3%-nog rastvora fenolftaleina i titrira rastvorom 0,1 mol (NaOH)/l do jasno izražene crvenkaste boje.

Izračunavanje

Kiselost se izražava kao "kiselinski stepen", koji označava broj mililitra 1 mol (NaOH)/l potrebnih za neutralizaciju slobodnih masnih kiselina u 100 g brašna, odnosno prekrupe i izračunava se po sledećoj formuli:

$$\text{kiselinski stepen} = (a \cdot c \cdot 100)/p$$

gde je:

- a - broj utrošenih mililitara 0,1 mol (NaOH)/l za neutralizaciju;
- c - koncentracija upotrebljenog rastvora NaOH izražena u molaritetu po litru;

p - količina uzorka u gramima koja se nalazi u 25 ml filtrata.

Ponovljivost

Dozvoljena odstupanja između dva određivanja koja je, paralelno ili jedno za drugim, izvršio isti analitičar ako je kiselinski stepen do 3 mogu da iznose do 0,2 jedinice, a ako je kiselinski stepen veći od 3 do 0,3 jedinice.

17. Određivanje kiselinskog stepena u pšeničnoj klici

Princip i primena

Princip se zasniva na ekstrakciji masti iz proizvoda i titraciji dobijenog rastvora pomoću natrijum-hidroksida uz indikator fenolftalein. Primenjuje se za određivanje količine slobodnih masnih kiselina u proizvodima bogatim masnoćama, kao što je pšenična klica.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) konusna tikvica (erlenmajer), zapremine 100 ml;
- 2) tikvica "za jodni broj", zapremine 250 ml;
- 3) stakleni levak, prečnika 10 cm;
- 4) sahatno staklo;
- 5) filtrir-papir;
- 6) analitička vaga;
- 7) vibraciona mućkalica.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) 96%-ni vol etanol;
- 2) 1%-ni alkoholni rastvor fenolftaleina: rastvori se 1 g fenolftaleina u malo 96%-nog etanola i dopuni 96%-nim etanolom do 100 g;
- 3) rastvor natrijum-hidroksida $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$: rastvori se 4 g NaOH u odmernom sudu do 1 l i dopuni vodom do oznake;
- 4) hloroform;
- 5) bezvodni Na_2SO_4 .

Postupak

Odmeri se oko 5 g usitnjenog (samlevenog) uzorka sa tačnošću 0,050 g i prenese u tikvicu "za jodni broj".

Odmerena količina uzorka prelije se sa 50 ml hloroforma i ostavi u mraku 3 h, uz povremeno mućkanje rukom ili 30 min na vibracionoj mućkalici. Posle toga, uzorku se doda manja kašika bezvodnog Na_2SO_4 i ostavi 30 min a zatim profiltrira. Od filtrata se odmeri 10 ml i prenese u koničnu tikvicu zapremine 100 ml. Zatim se doda 30 ml neutralizovanog etalona (neutralizacija se vrši sa 0,1 mol (NaOH)/l, uz fenolftalein) i zagreva do ključanja na rešou sa mrežicom. Smeša se brzo ohladi, doda se nekoliko kapi fenolftaleina i titrira što pre sa 0,1 mol (NaOH)/l do pojave crvene boje.

Da bi se odredila količina masti i filtratu, postupa se na sledeći način: u prethodno izmerenu tikvicu odmeri sa 10 ml filtrata osnovnog hloroformnog rastvora, upari i osuši na 105 °S do konstantne mase.

Izračunavanje

Kiselost se izražava kao "kiselinski stepen" koji označava broj utrošenih mililitara 1 mol/l natrijum-hidroksida za neutralizaciju slobodnih masnih kiselina u 100 g masti pšeničnih klica i izračunava se po sledećoj formuli:

$$\text{kiselinski stepen} = (a/p) \cdot f \cdot 10$$

gde je:

a - utrošeni broj ml 0,1 mol (NaOH)/l za titraciju 10 ml filtrata;

f - faktor rastvora NaOH;

p - količina masti, u gramima u 10 ml filtrata.

18. Određivanje nečistoća - filt-test (delovi insekata, jaja, ekskremenata i dlaka) u mlinskim proizvodima

Princip i primena

Princip se zasniva na hidrolizi sastojaka mlinskih proizvoda, bilo hemijski ili enzimski, sa pankreatinom. Tretiranje uzorka mora biti takvo da delovi filtra ostaju sačuvani i da se što manje izmene kako bi se mogli raspoznati mikroskopskim pregledom. Metoda se primenjuje pri utvrđivanju filtra kod mlinskih proizvoda.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) čaše, zapremine 200 ml i 400 ml;
- 2) sahatna stakla;
- 3) levak za odvajanje, zapremine 1000 ml;
- 4) Bichnerov levak, prečnika 8 cm;
- 5) dve staklene ploče, dimenzije 9 · 12 cm;
- 6) cilindar za merenje, zapremine 20 ml;
- 7) filtrir-papir;
- 8) mikroskop.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) rastvor hlorovodonične kiseline $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$;
- 2) parafinsko ulje;
- 3) petrol-etar;
- 4) 96%-ni etanol.

Postupak

Odmeri se 50 g brašna, prenese u čašu zapremine 400 ml, prelije sa 200 ml ključalog rastvora hlorovodonične kiseline i promeša staklenim štapićem da bi se dobila homogena smeša bez grudvica. Kuva se na slabom plamenu 30 min, pokriveno sahatnim staklom. Kad se rastvor ohladi, prelije se u levak za odvajanje zapremine 1000 ml, čaša se dobro ispere vodom koja se dodaje prvobitnom rastvoru i dolije se vode do približno 600 ml. Doda se 20 ml parafinskog ulja i nekoliko puta dobro promeša. Parafinskim uljem se nakvase delovi filtra, usled čega se nečistoća diže i sakuplja na graničnoj površini između vode i parafinskog ulja. Posle 30 min ispusti se vodeni rastvor i drugi isto tako veliki levak za odvajanje i ponovo promeša sa 20 ml parafinskog ulja, ostavi 30 min da se slojevi odvoje pa se zatim vodeni deo ispusti dok ne ostane u visini od nekoliko milimetara. Parafinsko ulje se u oba levka ispere vodom, koja se ispusti. Ispiranje vodom ponovi se još jedanput, ali uz dodatak 50 ml petroletra. Posle odvajanja, vodeni sloj se ponovo ispusti do visine od nekoliko mililitara.

Petroletarski rastvor filtrira se preko Bihnerovog levka, prečnika 80 mm, na koji je stavljen filtrir-papir prečnika 90 mm ("plava traka" ili ekvivalentni). Filtrir-papir se namesti na Bihnerov levak tako da ivica filtrir-papira dobro priligne uz njen zid i da tečnost ne može isticati između stakla i papira. Najpre se filtrira tečnost iz drugog levka za odvajanje, a zatim iz prvog levka. Levkovi se isperu dva puta vodom, a zatim jedanput 96%-nim etanolom. Nerastvorni ostaci iz levka moraju biti potpuno preneseni na filtrir-papir, koji se izvadi i između dva sahatna stakla suši 1 h na temperaturi 105 °S. Zatim se ravnomerno nakvasi sa nekoliko kapi parafinskog ulja, čime se postiže bolja providnost. Nakvašeni filtrir-papir stavi se između dve staklene ploče dimenzije 9 · 12 cm. Staklene ploče se zalepe voskom ili lepljivim papirom da bi se sprečilo pomicanje. Pod mikroskopom se posmatra pri povećanju od 60 do 70 puta.

Posebno se daje broj delova insekata, a posebno broj dlaka glodara. Kad glodari ližu krzna, dlake dospevaju u creva i izlučuju se sa izmetom (20 mg izmeta sadrži oko 100 dlaka). Izmet glodara ne može se potpuno odstraniti uobičajenim mlinarskim metodama čišćenja žita, jer je često iste veličine kao zrno, pa se samelje u brašno. Dlake iz izmeta nisu duže od 0,8 mm. Ako se nađu duže dlake, one potiču od krzna glodara koji su se provlačili kroz brašno posle meljave. U brašnu se retko nalaze čitavi delovi organa insekata, jer su i oni samleveni, nego se nalaze samo delovi čvrstog oklopa, glave, pipaka, nogu, krila itd. Bezbojne grinje i jaja insekata, kad su cele, lako se razlikuju, a teško kad su u delovima. Larve su takođe bezbojne, ali se lako poznaju po obojenim zadnjim delovima tela. Delove insekata u brašnu naročito je teško razlikovati od delova ljuske žitarica koji su jednako obojeni.

Da bi se delovi insekata razlikovali od delova žitarica, koriste se sledeći podaci:

- 1) delovi insekata su žućkaste, maslinaste i tamnosmeđe ili crvenosmeđe boje, rožnato-prozračnog izgleda, a celulozni delovi žitarica su neprozirni;
- 2) ivica delova insekata je glatka, često sa finim dlačicama, a ivica celuloznih delova žitarica je vlaknasta;
- 3) kod insekata nema karakteristično zadebljanih zidova ćelija;
- 4) delovi insekata mogu se često raspoznati po kružnim otvorima za disanje - trahejama;
- 5) za insekte su karakteristični segmentirani delići, na primer delići izlomljenih papaka i nogu.

Izračunavanje

Pri rutinskoj analizi najčešće se daje samo broj delova filtra i broj dlaka glodara nađenih u 100 g brašna.

19. Određivanje zaraženosti žitne mase insektima

Odmeri se 0,5 g do 1 kg uzorka i ostavi 5 min u toploj vodi da bi zrna omekšala, jer se tada bolje oboje. Zrna se zatim prosuše na običnom papiru da bi se stavila u pripremljeni rastvor fuksina, koji se priprema tako što se 50 cm³ ledene sirćetne kiseline stavu u 950 cm³ obične vode i tome doda 0,5 g kiselog fuksina. U tom rastvoru zrna se smeju držati najduže 5 min jer bi se obojila celo njihova površina pa se mesta na koja je žizak položio jaja ne bi mogla razlikovati. Kad se zrna pšenice izvade iz rastvora, properu se u običnoj vodi i na njima se odmah mogu naći tamnocrvena obojena mesta na kojima su položena jaja. Mehanički oštećena mesta svetlije su obojena. Prema broju zrna sa tamnim mestom može se utvrditi približan intenzitet oštećenja izazvanih napadom, koji se izražava u procentima. Upotrebljena boja može se koristiti više puta, sve dok se ne zamuti.

20. Određivanje prisustva pregljeva u žitu

Uzorak žita od 1 kg proseje se kroz žičano sito sa otvorima dimenzije 1 · 2,5 mm, kroz koje propadaju primese neorganskog porekla.

Prosejavanje se vrši nad tamnim papirom na kome se slobodnim okom ili, još bolje, lupom mogu uočiti sitni beličasti pregljevi. Ako je naročito hladno, uzorci se moraju uneti u tople prostorije i držati u njima izvesno vreme, pa se tek posle toga prosejavaju. Zaraženost se izražava brojem pregljeva na 100 g žita.

21. Određivanje oštećenja žita poljskim stenicama

Oštećenja žita poljskim stenicama određuje se pojedinačnim pregledom svakog zrna u uzorku od 10 g i izražava kao procent zaraženosti. Uzima se tri puta po 10 g žita.

Pregled se vrši pomoću električne sijalice pećine 50 W. Najbolje su mlečne sijalice, pričvršćene za drvenu podlogu. Preko sijalice se stavi metalni cilindar, prečnika većeg od prečnika Petrijeve posude, i pokrije belim papirom. Na cilindar se postavi Petrijeva posuda sa 10 g žita, a zatim se lupom posmatraju osvetljena zrna. Zdrava zrna, osvetljena odozdo sijalicom, providna su, a samo je klica tamna.

Na zrnima koja je oštetila poljska stenica, osim tamne mrlje na klici nalaze se i mesta na kojima je belančevina endosperma oštećena proteolitičkim enzimima, koje stenica luči sa pljuvačkom pri ubodu. Zaražnost se izražava u procentima mase uzorka.

22. Dokazivanje prisustva brašna drugih žita u pšeničnom brašnu - mikroskopsko ispitivanje

Princip

Princip se zasniva na mikroskopskoj analizi, kojom se dokazuje zastupljenost drugih vrsta brašna (ražanog, ječmenog, pirinčanog, heljdinog, ovsenog, prosenog, krompirovog i brašna pasulja) u pšeničnom brašnu.

Postupak

Odmeri se 20 g pšeničnog brašna, koje se sa 10 ml destilovane vode zamesi u porculanskoj posudi pomoću porculanskog tučka dok se ne dobije homogena masa. Od testa se formira lopta, iz koje se ispira izvesna količina lepka. Voda sa ispranim skrobom naspe se u kupastu čašu i ostavi da miruje oko 12 h. Za vreme mirovanja u čaši se jasno izdvajaju tri sloja:

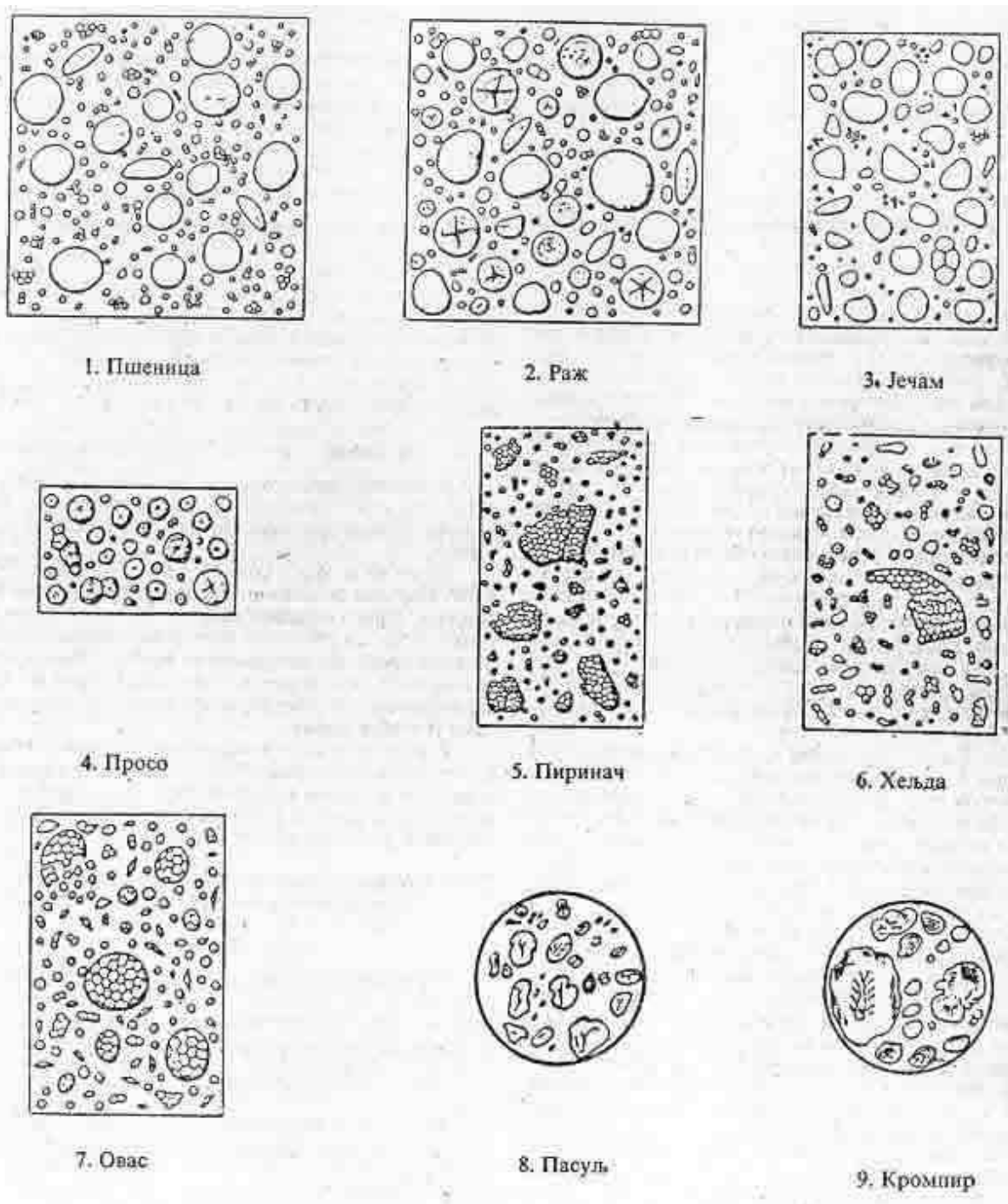
- prvi, površinski, bele ili više-manje sive boje, vrlo tečan, sadrži najmanja skrobna zrnca i malo sasvim lakih celuloznih delova;
- drugi, jasno sive boje, sastavljen je od mnogih ostataka celuloze srednje veličine;
- poslednji, veoma beo sloj, vrlo čvrst, sadrži samo krupna skrobna zrnca.

Radi mikroskopskog ispitivanja najpre se odstrani voda koja pliva, a zatim se postepeno, u posebne čaše, dekantuju (odvoje pažljivim odlivanjem) sva tri sloja, koji se zatim podvrgnu mikroskopskoj analizi, i to svaki sloj više puta.

Prema obliku i veličini skrobnih zrnaca utvrdiće se da li je pšeničnom brašnu dodata neka druga vrsta brašna i koja je to vrsta.

Na slici 10 prikazan je izgled skrobnih zrnaca pod mikroskopom, i to:

- | | |
|-------------|--------------|
| 1) pšenice; | 5) pirinča; |
| 2) raži; | 6) heljde; |
| 3) ječma; | 7) ovsa; |
| 4) prosa; | 8) pasulja; |
| | 9) krompira. |



Slika 10. Skrobna zrnca žita i krompira

23. Dokazivanje i određivanje kukuruznog brašna u pšeničnom brašnu

a) Dokazivanje

Kukuruzno brašno u pšeničnom brašnu dokazuje se prisustvom zeina, tipičnog proteina kukuruza, koji daje biuret-reakciju (ljubičasto obojenja) sa bakar-sulfatom u alkalnoj sredini i koji se rastvara u vrućem amil-alkoholu, za razliku od drugih u etanolu topljivih belančevina od kojih se na taj način može odvojiti.

1. Odmeri se 20 g brašna sa 50 ml 96%-nog etanola, greje se na vodenom kupatilu na temperaturi od 75 °S i češće meša; 10 ml filtrata promeša se sa 2 ml 1 mol-(NaOH)/l i 10 kapi

2%-tnog rastvora bakar-sulfata. Ako smesa sadrži bar 5% kukuruznog brašna, pojavljuje se ljubičasta boja.

2. Odmeri se 10 g brašna i 15 min kuva sa 25 ml izoamil-alkohola, a zatim, još vruće, brzo filtrira. Ako u filtratu postoji i 1% kukuruznog brašna, on će se pri hlađenju zamutiti usled nataloženog zeina.

b) Određivanje

Princip

Određivanje kukuruznog brašna u pšeničnom brašnu zasniva se na fotometrijskom ispitivanju zeina biuret-reakcijom.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) fotokolorimetar;
- 2) tikvice, zapremine 50 ml i 100 ml;
- 3) levak, prečnika 8 cm do 10 cm;
- 4) odmerna tikvica zapremine 50 ml;
- 5) filtrir-papir;
- 6) pipeta, zapremine 10 ml;
- 7) pipete, građuisane, zapremine 1 ml i 5 ml;
- 8) sahatno staklo.

Reagensi i sredstva

Kao reagensi se koriste:

- 1) 96%-ni etanol;
- 2) rastvor natrijum-hidroksida $c(\text{NaOH}) = \text{mol/l}$;
- 3) 5%-ni rastvor bakar-sulfata;
- 4) aktivni uglj.

Postupak

Odmeri se 15 g brašna i 1 h estrahuje u tikvici, zapremine 100 ml pokrivenoj sahatnim staklom sa 75 ml etanola u vodenom kupatilu, na temperaturi od 75 °S i često meša. Posle toga se ostavi još 1 h. Zatim se još jedanput promeša, pa se odjedanput, po mogućnosti potpuno, nalije na filtrir-papir. Prvih nekoliko kapi filtrata vrati se na filtrir. Na 10 ml filtrata, koji mora biti potpuno bistar, doda se (u tikvicu zapremine 50 ml) 4 ml 1 mol (NaOH)/l rastvora i 0,8 rastvora bakar-sulfata, promeša i ponovo zagreva 15 min na vodenom kupatilu, na temperaturi od 75 °S. Tada se doda 0,5 g aktivnog uglja u prahu, promeša se, filtrira kroz naborani filtrir-papir u odmernu tikvicu zapremine 50 ml i dopuni vodom do oznake. Filtrati moraju biti bistri, i to: kod čistog kukuruznog brašna tamnoljubičasti, a kod pšeničnog brašna svetložutozeleni. Intenzitet plavoljubičaste boje filtrata proporcionalan je količini zeina i određuje se fotokolorimetrijski, a iz baždarene krive očita se količina kukuruznog brašna. Baždarena kriva načini se na uobičajen način sa 0, 20, 30, 40 itd. do 100% kukuruznog brašna u smesi sa pšeničnim brašnom: za te smese kukuruznog i pšeničnog brašna primenjuje se opisani postupak.

Pošto količina zeina u kukuruzu varira, rezultati su približni, osim ako se raspolaže istim kukuruznim brašnom koje je zamešano sa uzorkom, pa se ono koristi za paralelna određivanja. Ta metoda može se primeniti za žuti kukuruz i za beli kukuruz. U brašnu se može dokazati 0,5%, a u hlebu tek 5% dodatnog kukuruznog brašna.

Stajanjem od 1 h, posle grejanja, i filtriranjem kroz filtrir-papir odstranjuju se neke rastvorene belančevine pšenice, koje daju slabu biuret-reakciju. Aktivnim ugljem odstranjuje se kriptoksantin, koji tu reakciju ometa.

24. Dokazivanje sojinog brašna u pšeničnom brašnu

Soja sadrži specifični ferment ureazu, koje nema u žitaricama. Ureaza se dokazuje razgradnjom uree na amonijak.

Odmeri se u epruveti 1 g pšeničnog brašna, doda se 5 ml 2%-nog rastvora uree, homogenizuje u ujednačenu suspenziju, doda nekoliko kapi neutralnog 1%-nog etanolskog rastvora fenolftaleina i stavi u termostat, na temperaturi od 37 °S do 40 °S. Ako se posle jednog sata pojavi crvena boja usled nastalog amonijaka, dokazano je prisustvo sojinog brašna.

25. Određivanje fizičkih osobina pšeničnog brašna Brabenderovim farinografom

Princip i primena

Princip se zasniva na određivanju fizičkih osobina pšeničnog brašna pomoću upijanja vode i ponašanja testa tokom mešanja.

Aparatom - farinografom meri se i registruje obrazovanje testa mešanjem od brašna i vode, njegov razvoj, otpor i omekšanje. Otpor testa se podešava na određenu vrednost promenom dodatne količine vode. Tom količinom apsorbovane vode dobija se kriva mešanja, iz čijih se različitih karakteristika vidi kvalitet brašna.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) Brabenderov farinograf i termostat sa cirkulacionom pumpom;
- 2) vaga sa tegovima, osetljivost $\pm 0,1$ g;
- 3) plastična lopatica;
- 4) kolenasti termometar za proveravanje temperature omotača mesilice;
- 5) termometar sa podelom do 50 °S;
- 6) planimetar;
- 7) tabela za korekciju moći upijanja vode, po Tiboru;
- 8) tabela po Hankoczyu.

Kontrola aparata

Farinograf bez mesilice, motor uključen postavi se na nulu. Mesilica se priključi i proveriti se položaj nule: motor je uključen, lopatica u mesilici je u pokretu. Kazaljka mora pokazivati manje od 20 F.J. Ako trenje mesilice iznosi više od 20 F.J. mesilica se ostavi da radi nekoliko minuta napunjena vodom toliko da voda pokriva osovine. Zatim se farinograf postavi na nulu.

Kontrola kočenja

Kočenje mora da traje tačno jednu sekundu, što se kontroliše podizanjem gornje poluge vage rukom i merenjem vremena potrebnog za vraćanje kazaljke od 1000 do 100 F.J., pri uključenom motoru.

Vreme isticanja od 135 do 225 ml mora iznositi 10 do 12 sec.

Brzina kretanja dijagramske hartije mora iznositi 1,0 cm/min.

Postupak

Termostat i cirkulaciona pumpa uključe se najmanje 1 h pre puštanja aparata u rad. Temperatura vode koja kruži kontroliše se i treba da iznosi 30 °S sa odstupanjem 0,2 °S. Temperatura mesilice kontroliše se u otvoru koji je za to predviđen. U mesilicu se stavi 300 \pm 0,1 g brašna. Mesilica se poklapa, a bireta se, uključivanjem vrha ispod slavine napuni vodom

temperature 30 °S. Pisač se napuni mastilom, aparat se uključi i praznim hodom mesilice se podesi da pisač piše nulu 1 min. U mesilicu se zatim doda celokupna količina brašna i ono se temperira takođe 1 min. Iz birete se dodaje voda u ravnomernom mlazu u prednji desni ugao mesilice. Dodavanje vode traje najviše 25 sec, a dodaje se 55% do 60% što zavisi od brašna. Kad se obrazuje testo, unutrašnji zidovi mesilice očiste se plastičnom lopaticom i mesilica se ponovo poklopi. Ako je odstupanje sredine krive u maksimumu veće od ± 10 F.J. od konzistencije testa 500 F.J. ispitivanje se prekida, a dodata količina vode se koriguje pomoću priložene Tiborove tabele 7 na osnovu odstupanja od konzistencije testa od 500 F.J. Kad se postigne konzistencija 490 do 510 F.J. u maksimumu krive, mešanje traje ukupno 15 minuta od momenta dodavanja vode u mesilicu.

Prikazivanje rezultata

Moć upijanja vode

Moć upijanja vode je količina vode izražena u procentima, koja je potrebna za postizanje konzistencije testa od 500 F.J.

Moć upijanja vode, u procentima = $V/3$

gde je:

V - broj mililitara vode za konzistenciju 500 F.J.

Razvoj testa

Razvoj testa, u minutima, jeste vreme od početka mešanja do maksimuma krive.

Stabilitet testa

Stabilitet testa u minutima, jeste vreme od maksimuma krive dok kriva ne opadne za 10 F.J.

Stepen omekšanja testa

Stepen omekšanja testa je odstojanje krajnje tačke srednje linije dijagrama od konzistencije 500 F.J. Izražava se u F.J.

Kvalitetna klasa

Na dobijenom farinografu planimetriše se površina trougla koju zatvaraju: linija središnjica, koja se ucrtava u krivu počev od njenog maksimuma do završetka farinograma u 15 minuta, linija konzistencije postignuta u rasponu od 490 do 510 F.J. i normala koja spaja liniju središnjicu sa linijom konzistencije. Za utvrđenu površinu trougla, izraženu u cm^2 , pročitava se u tabeli po Hankoszyu kvalitetni broj brašna.

Klasifikacija brašna po Hankoczyu

Kvalitetni broj i klasa brašna određuje se prema tabeli 8.

TIBOROVA TABLICA ZA ODREĐIVANJE MOĆI UPIJANJA VODE BEZ TITRIRANJA, RAČUNSKIM PUTEM

Tabela 7

Odstupanje od standardne konzistencije (u Fj)	Količina vode koju treba dodati - oduzeti (u cm^3)	Odstupanje od standardne konzistencije (u Fj)	Količina vode koju treba dodati	Odstupanje od standardne konzistencije (u Fj)	Količina vode koju treba dodati
---	--	---	---------------------------------	---	---------------------------------

			- oduzeti (u cm ³)		- oduzeti (u cm ³)
30	2,6	155	13,2	280	24,0
35	3,0	160	14,7	285	24,4
40	3,4	165	14,1	290	24,9
45	3,9	170	14,6	295	25,3
50	4,3	175	15,0	300	25,7
55	4,7	180	15,4	305	26,1
60	5,1	185	15,9	310	26,7
65	5,6	190	16,3	315	27,0
70	6,0	195	16,7	320	27,4
75	6,4	200	17,1	325	27,9
80	6,9	205	17,6	330	28,3
85	7,3	210	18,0	335	28,7
90	7,7	215	18,4	340	29,1
95	8,1	220	18,9	345	29,6
100	8,6	225	19,3	350	30,0
105	9,0	230	19,7	355	30,4
110	9,4	235	20,1	360	30,9
115	9,9	240	20,6	365	31,3
120	10,3	245	21,0	370	31,7
125	10,7	250	21,4	375	32,1
130	11,1	255	21,8	380	32,6
135	11,6	260	22,3	385	33,0
140	12,0	265	22,7	390	33,4
145	12,4	270	23,2	395	33,9
150	12,9	275	23,6	400	34,3

Dodatak

10	0,5
15	1,0
20	1,6
25	2,1
30	2,6

KVALITETNI BROJ BRAŠNA PO HANKOCZYU, PREMA POVRŠINI TROUGLA

Tabela 8

Površina trougla (u cm ²)	Kvalitetni broj	Površina trougla (u cm ²)	Kvalitetni broj	Površina trougla (u cm ²)	Kvalitetni broj
	A ₁	4,1	74,3	8,4	62,9
		4,2	74,0	8,5	62,6
0	100,0	4,3	73,6	8,6	62,4
0,1	96,4	4,4	73,3	8,7	62,2
0,2	94,5	4,5	73,1	8,8	62,0
0,3	93,2	4,6	72,8	8,9	61,7
0,4	32,1	4,7	72,5	9,0	61,5
0,5	91,2	4,8	72,2	9,1	61,3
0,6	90,3	4,9	71,9	9,2	61,0
0,7	89,5	5,0	71,6	9,3	60,8
0,8	88,8	5,1	71,3	9,4	60,6
0,9	88,0	5,2	71,0	9,5	60,4
1,0	87,5	5,3	70,7	9,6	60,2
1,1	86,9	5,4	70,5	9,7	60,0
1,2	86,4	5,5	70,2	9,8	59,8
1,3	85,9		B ₁	9,9	59,6

1,4	85,3			10,0	59,4
				10,1	59,2
	A ₂	5,6	69,2	10,2	59,0
		5,7	69,6	10,3	58,7
1,5	84,7	5,8	69,3	10,4	58,5
1,6	84,2	5,9	69,0	10,5	58,3
1,7	83,7	6,0	68,8	10,6	58,1
1,8	83,2	6,1	68,5	10,7	57,9
1,9	82,7	6,2	68,3	10,8	57,7
2,0	82,5	6,3	68,0	10,9	57,5
2,1	81,7	6,4	67,8	11,0	57,3
2,2	81,3	6,5	67,5	11,1	57,1
2,3	80,8	6,6	67,2	11,2	56,8
2,4	80,4	6,7	67,0	11,3	56,6
2,5	80,0	6,8	66,7	11,4	56,4
2,6	79,6	6,9	66,4	11,5	56,2
2,7	79,2	7,0	66,2	11,6	56,0
2,8	78,8	7,1	65,9	11,7	55,8
2,9	78,4	7,2	65,7	11,8	55,6
3,0	78,0	7,3	65,4	11,9	55,4
3,1	77,7	7,4	65,2	12,0	55,3
3,2	77,4	7,5	65,0	12,1	55,1
3,3	77,1	7,6	64,7		
3,4	76,7	7,7	64,5		B ₂
3,5	76,4	7,8	64,2	12,2	54,8
3,6	76,0	7,9	64,0	12,3	54,6
3,7	75,6	8,0	63,8	12,4	54,4
3,8	75,3	8,1	63,5	12,5	54,3

3,9	74,9	8,2	63,3	12,6	54,1
4,0	74,6	8,3	63,1	12,7	53,9

Površina trougla (u cm ²)	Kvalitetni broj	Površina trougla (u cm ²)	Kvalitetni broj
12,8	53,7		S ₁
12,9	53,4		
13,0	53,3	17,7	44,8
13,1	53,2	17,8	44,6
13,2	53,0	17,9	44,5
13,3	52,8	18,0	44,4
13,4	52,6	18,1	44,2
13,5	52,4	18,2	44,0
13,6	52,2	18,3	43,8
13,7	52,0	18,4	43,7
13,8	51,8	18,5	43,5
13,9	51,6	18,6	43,4
14,0	51,4	18,7	43,2
14,1	51,2	18,8	43,0
14,2	51,1	18,9	42,8
14,3	50,9	19,0	42,7
14,4	50,8	19,1	42,6
14,5	50,6	19,2	42,4
14,6	50,4	19,3	42,2
14,7	50,2	19,4	42,0
14,8	50,0	19,5	41,9
14,9	49,8	19,6	41,7

15,0	49,6	19,7	41,6
15,1	49,4	19,8	41,4
15,2	49,2	19,9	41,2
15,3	49,0	20,0	41,1
15,4	48,8	20,1	40,9
15,5	48,6	20,2	40,7
15,6	48,4	20,3	40,6
15,7	48,3	20,4	40,5
15,8	48,1	20,5	40,3
15,9	47,9	20,6	40,2
16,0	47,7	20,7	40,0
16,1	47,6	20,8	39,8
16,2	47,4	20,9	39,7
16,3	47,2	21,0	39,5
16,4	47,0	21,1	39,4
16,5	46,8	21,2	39,2
16,6	46,7	21,3	39,1
16,7	46,5	21,4	38,9
16,8	46,4	21,5	38,8
16,9	46,2	21,6	38,6
17,0	46,0	21,7	38,5
17,1	45,8	21,8	38,3
17,2	45,6	21,9	38,2
17,3	45,4	22,0	38,0
17,4	45,3	22,1	37,8
17,5	45,1	22,2	37,7
17,6	45,0	22,3	37,5
22,4	37,4		

22,5	37,2		
22,6	37,1	27,5	29,8
22,7	36,9	27,6	29,7
22,8	36,7	27,7	29,5
22,9	36,3	27,8	29,4
23,0	36,5	27,9	29,3
23,1	36,3	28,0	29,1
23,2	36,2	28,1	29,0
23,3	36,0	28,2	28,8
23,4	35,9	28,3	28,7
23,5	35,7	28,4	28,5
23,6	35,6	28,5	28,4
23,7	35,4	28,6	28,3
23,8	35,3	28,7	28,2
23,9	35,1	28,8	28,0
24,0	35,0	28,9	27,8
24,1	34,8	29,0	27,7
24,2	34,7	29,1	27,5
24,3	34,5	29,2	27,4
24,5	34,2	29,3	27,3
24,6	34,1	29,4	27,2
24,7	33,9	29,5	27,0
24,8	33,8	29,6	26,9
24,9	33,6	29,7	26,7
25,0	33,5	29,8	26,6
25,1	33,4	29,9	26,4
25,2	33,2	30,0	26,3
25,3	33,1	31,0	24,9

25,4	32,9	32,0	23,5
25,5	32,7	33,0	22,2
25,6	32,6	34,0	20,8
25,7	32,5	35,0	19,5
25,8	32,3	36,0	18,2
25,9	32,1	37,0	16,9
26,0	32,0	38,0	15,6
26,1	31,9	39,0	14,3
26,2	31,7	40,0	13,0
26,3	31,6	41,0	11,7
26,4	31,5	42,0	10,4
26,5	31,3	43,0	8,1
26,6	31,2	44,0	7,8
26,7	31,0	45,0	6,5
26,8	30,8	46,0	5,3
26,9	30,7	47,0	4,0
27,0	30,5	48,0	2,7
27,1	30,4	49,0	1,4
27,2	30,3	50,0	0,0
27,3	30,1		
27,4	30,0		

26. Određivanje fizičkih osobina pšeničnog brašna Brabenderovim ekstenzografom

Princip i primena

Princip se zasniva na izradi testa u farinografu koje se zatim na uobičajeni način oblikuje u ekstenzografu. Posle određenog vremena testo se rasteže i pisaljka ispisuje krivu koja pokazuje otpor testa na rastezanje.

Ova metoda se primenjuje za testa od pšeničnog brašna pri određivanju rastegljivosti.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) natrijum-hlorid, tehnički;
- 2) kukuruzni skrob;
- 3) parafinsko ulje.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) Brabenderov ekstenzograf i termostat sa cirkulacionom pumpom;
- 2) Brabenderov farinograf;
- 3) vaga sa tegovima, osetljivosti $\pm 0,1$ g;
- 4) plastična lopatica;
- 5) signalni sat;
- 6) laboratorijska čaša, zapremine 250 ml;
- 7) termometar sa podelom do 50 °S;
- 8) Tiborova tabela za korekciju dodatne vode;
- 9) makaze za sečenje testa;
- 10) planimetar.

Kontrola aparata

Termostat i cirkulaciona pumpa uključe se znatno pre upotrebe (oko 1 h) kako bi oba aparata dostigla temperaturu 29-30 °S.

Temperatura vode koja kruži i temperatura u farinografskoj mesilici i fermentacionim komorama ekstenzografa moraju se kontrolisati.

U svaku komoru za fermentaciju u udubljenje postolja sipa se malo tople vode, najmanje 15 min pre upotrebe.

Bireta, uključujući vrh ispod slavine, napuni se vodom temperature 30 °S.

Odmeri se 6 g soli, prenese u laboratorijsku čašu zapremine 250 ml i u nju se iz birete doda određena količina vode.

Farinograf se uključi i podesi da pisaljka piše po nultoj liniji 1 min.

Postupak

Odmeri se 300 g brašna i prenese u meselicu. Mesilica se mora poklopiti, temperiranje brašna traje 1 min. U prednji desni ugao uključene mesilice postepeno se sipa rastvor soli zagrejan na temperaturi 30 °S. Mesilica se poklopi. Kad se obrazuje testo, njeni unutrašnji zidovi se očiste mekom plastičnom lopaticom. Sredina krive, 5 min posle početka dodavanja vode, treba da se nalazi na 500 ± 10 F.J. U tom trenutku se mešanje prekida. Ako se tražena konzistencija ne postigne odmah, mešanje se ponavlja dok se ne postigne odgovarajuća konzistencija u 5 min. Testo se izvadi iz mesilice. Odmere se 2 komada testa po $150 + 0,1$ g. Jedan komad se stavlja u homogenizator i okrene dvadeset puta. Zatim se izvadi iz homogenizatora, napraši skrobom i stavi na valjak, pri čemu treba paziti da se testo položi na sredinu valjka, i to najpre donjom stranom. Testo se izvadi iz homogenizatora i stavi na sredinu kalupa prethodno podmazanog parafinskim uljem, čvrsto pritisne viljuškom i stavi u fermentacionu komoru. Signalni sat se podesi na 45 minuta. Drugi komad testa oblikuje se na isti način i stavi u fermentacionu komoru. Tri pisaljke napune se plavim, crvenim i zelenim mastilom. Plava pisaljka se postavlja na nultu tačku linije rastezanja. Po isteku 45 min od ubacivanja testa u fermentacionu komoru prvi kalup se postavlja na krak vage. Pisaljka se namesti na nula E.J. i poluga sa kukom stavlja se u pokret i zaustavlja kad se testo prekine. Dijagramska hartija vraća se natrag na nultu tačku linije rastezanja. Testo se ukloni sa viljušaka i kuke. Kuka se ponovo vrati u polazni položaj. Homogenizovanje i oblikovanje se ponavljaju. Pošto se signalni sat ponovo podesi na 45 min, rastezanje se ponovi na drugom

komadu testa. Homogenizovanje i oblikovanje drugog komada testa se ponovi, a dijagramski papir se vrati na raniju nultu tačku rastezanja.

Radni postupci rastezanja, homogenizovanja i oblikovanja se ponavljaju i oblikovani komadi ponovo ubacuju u fermentacione komore. Kriva rastezanja 90 min posle zamesivanja ispisuje se crvenim mastilom preko prve krivulje.

Radni postupak rastezanja se ponavlja i oba testa se naizmenično rastežu. Ovaj postupak sledi 135 min posle zamesivanja. Kriva rastezanja se ispituje zelenim mastilom preko prve dve krivulje.

Prikaz rezultata

Otpor

Otpor pri konstantnoj deformaciji iznosi 0,5 cm. Visina srednje vrednosti dveju krivih, registrovanih 135 min posle zamesivanja testa, na 5 cm od početka krive, predstavlja otpor testa prema rastezanju pri konstantnoj brzini rastezanja. Izražava se u ekstenzografskim jedinicama (E.J.) i zaokružuje na 5 (E.J.).

Maksimalni otpor (O_{max})

Maksimalni otpor je srednja vrednost maksimalne visine krivih opisanih 135 min posle zamesivanja, zaokružena na 5 E.J. Izražava se u ekstenzografskim jedinicama (E.J.).

Rastegljivost (R)

Rastegljivost je srednja udaljenost, zaokružena na 0,1 cm, koju pređe dijagramska hartija od početka rastezanja do trenutka kad se testo prekine. Registruje se na krivoj opisanoj 135 min posle zamesivanja. Izražava se u milimetrima.

Energija (E)

Energija je srednja vrednost površine koju obrazuju krive opisane 135 min posle zamesivanja. Određuje se planimetrisanjem i izražava se u centimetrima kvadratnim zaokruženo na ceo broj.

Odnos otpora rastezanja prema rastegljivosti (O/R).

Odnos O/R je neimenovani broj i predstavlja količnik brojčane vrednosti otpora na petom centimetru rastezanja i brojčane vrednosti rastegljivosti.

27. Određivanje aktivnosti alfa-amilaze Brabenderovim amilografom

Princip i primena

Princip se zasniva na kontinuiranju, praćenju viskoziteta suspenzije voda - brašno zagrevane na temperaturi od 25 °S do 96 °S, uz konstantan porast temperature. Porast viskoziteta koji prati klajsterizaciju skroba izazvan je manje ili više porastom temperature, mehaničkim dejstvom mućkanja i amilolitičkim dejstvom alfa-amilaze, zastupljene ili dodate u brašno. Maksimalni viskozitet dobijen za vreme ispitivanja ukazuje kako na aktivnost alfa-amilaze tako i na ponašanje brašna pri klajsterizaciji, a time i na njegovu pecivost.

Metoda se primenjuje za određivanje aktivnosti alfa-amilaze u pšeničnom brašnu.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) Brabenderov amilograf;
- 2) vaga, nosivosti 1 kg, osetljivosti $\pm 0,1$ g;

- 3) posuda od debelog stakla, zapremine 1 l;
- 4) metalna ili plastična lopatica;
- 5) automatska bireta, zapremine 450 ml.

Kontrola aparata

Pre određivanja, amilograf se baždari tako da brzina kretanja metalne posude bude 75 ± 1 okretanja/minut; brzina kretanja hartije $0,5 \pm 0,01$ cm/min; torziona sila $0,700 + 0,015$ g cm/A.J.; stepen porasta temperature $1,5 + 0,03$ °S/min kao prosek za celokupan raspon.

Položaj šipki viljuške u metalnoj posudi mora biti takav da odgovara perforacijama plastičnog šablona koji se isporučuje uz aparat.

Dok prekidač stoji u neutralnom položaju, početna temperatura ručno se podesi na 25 °S. Pero se napuni mastilom. Namesti se prazna metalna posuda i viljuška, glava aparata se spusti i viljuška spoji sa osovinom. Uključi se motor i proveriti da li pero piše po nultoj liniji hartije. Ako treba, položaj pera se podesi na njegovom držaču. Motor se zaustavi, viljuška odvoji, a glava aparata podigne i okrene u stranu. Viljuška se ukloni.

Postupak

Izmeri se 80 g brašna, koje se sipa u staklenu posudu. Doda se 450 ml vode. Brašno i veći deo vode se homogenizuju laboratorijskom lopaticom. Suspenzija se kvantitativno preruči u metalnu posudu. Staklena posuda se dva puta ispere, pri čemu se upotrebi preostala količina vode. Viljuška se namesti u metalni lonac, glava aparata se spusti i viljuška spoji sa osovinom. Uključi se motor. Prekidač za uključivanje grejača namesti se u položaj UP (AUF). Časovnik se reguliše na 45 minuta. Porast viskoziteta se registruje dok kriva ne pređe svoj maksimum.

Ako se postigne viskozitet veći od 1000 A.J., koristi se pribor za predopterećenje, ili, ako aparat to nema, upotrebi se manje brašna. Ako je težina brašna promenjena i u drugim posebnim slučajevima, to se mora navesti uz rezultat. Ekvivalent od 450 g vode mora se upotrebiti bez obzira na korišćenu količinu brašna.

Kad kriva pređe maksimum, motor se zaustavi, temperatura se zabeleži i isključi grejač. Glava aparata se podigne. Viljuška se skine sa osovine i stavi u metalnu posudu.

Glava aparata se odmakne, metalna posuda i viljuška se sklone i operu, a termoregulator obriše.

Prikazivanje rezultata

Maksimalni viskozitet je visina sredine krive u maksimumu i izražava se u amilografskim jedinicama.

Temperatura početka klajsterizacije izračunava se po sledećoj formuli i izražava u °S:

$$tpk = 25 + m_1 \cdot 1,5$$

gde je:

m_1 - vreme, izraženo u minutima, koje protekne od momenta uključivanja grejača pa dok se ne registruje porast viskoziteta.

Temperatura završetka klajsterizacije izračunava se po sledećoj formuli i izražava u °S:

$$tzk = 25 + m_2 \cdot 1,5$$

gde je:

m_2 - vreme, izraženo u minutima, koje protekne od momenta uključivanja grejača pa dok kriva ne dostigne maksimum.

28. Određivanje količine skroba po Ewersu

Princip

Skrob pokazuje visoku optičku aktivnost pa se na osnovu toga može odrediti i polarimetrijski, pošto se skrob prethodno hidrolizom prevede u rastvor pomoću kiseline.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) analitička vaga;
- 2) polarimetar sa kružnom skalom;
- 3) vodeno kupatilo;
- 4) odmerna tikvica, zapremine 100 ml;
- 5) filtrir-papir;
- 6) levak za ceđenje;
- 7) pipete zapremine 2 ml i 20 ml;
- 8) menzura;
- 9) konusna tikvica, zapremine 200 ml i 300 ml.

Rastvori

Koriste se sledeći rastvori:

- 1) hlorovodonična kiselina, 1,124% (m/V);
- 2) hlorovodonična kiselina, 25%-na;
- 3) rastvor Carrez I: odmeri se 150 g $K_4Fe(CN)_6$ u 1000 ml vode;
- 4) rastvor Carrez II: odmeri se 300 g $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$ ili 200 g $Zn(CN_3OO)_2 \cdot 2 H_2O$ u 1000 ml vode.

Postupak

U odmernu tikvicu zapremine 100 ml unese se pomoću levka oko 5 g uzorka, sa tačnošću $\pm 0,01$ g, doda 25 ml 1,124% NCl i dobro promeša da se ne zgrudba. Zatim se doda 25 ml iste kiseline, pri čemu se njome speru svi delići uzorka nahvatani na grlu tikvice. Dobro se promućka i kuva na vodenom kupatilu tačno 15 min, pri čemu se prva 3 min tikvicom mućka. Tikvica se skine sa vodenog kupatila i odmah doda 10 ml ohlađene destilovane vode da bi se hidroliza naglo prekinula, a tikvica se i dalje hladi pod mlazom vodovodske vode.

Posle hlađenja, doda se 20 ml 25%-ne NCl i 1 ml Carrez I, sadržaj se promućka, doda se 2 ml Carrez II, opet promućka i tikvica se dopuni destilovanom vodom do oznake, promućka i filtrira kroz suvi naborani filtrir-papir, pri čemu se prve količine filtrata vraćaju nazad. Potpuno bistrim filtratom puni se cev polarimetra i očita ugao skretanja ravni polarizovane svetlosti.

Izračunavanje

Količina skroba izražava se u procentu suve materije i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{skrob } (v\%) = \frac{100 \cdot 100}{(\alpha)^{20}_D \cdot 1} \cdot \frac{100}{100 - v}$$

gde je:

- pročitano skretanje na polarimetru;
- 1 - dužina cevi, u decimetrima;
- $(\alpha)^{20}_D$ - specifično skretanje skroba;
- v - sadržaj vlage u uzorku;
- g - odmerna količina uzorka.

Specifično	skretanje	skroba:
ovas	181,3	
pšenica	182,7	
raž	184,0	

ječam	181,5
kukuruz	184,6
pirinač	185,9

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva određivanja koja su izvršena paralelno ili jedno za drugim ne sme preći 0,3% apsolutne vrednosti količine skroba.

II. PEKARSKI PROIZVODI

1. Određivanje količine vode

Princip i primena

Metoda se zasniva na sušenju uzorka pri određenoj temperaturi 1 od 130 °S za određeno vreme. Gubitak mase izražen u procentima označava količinu vode u proizvodu. Određivanje vode vrši se na proizvodu sa korom ili samo u sredini proizvoda.

Aparati i pribor

Koriste se sledeći aparati i pribor:

- 1) analitička vaga;
- 2) metalne posudice za sušenje sa poklopcem, otporne na koroziju, prečnika 60 mm i najmanje visine 25 mm;
- 3) električna sušnica sa regulacijom temperature sa dovoljnom cirkulacijom vazduha sa mogućnošću podešavanja temperature;
- 4) eksikator sa efikasnim sredstvom za sušenje.

Pripremanje uzorka

Odmeri se oko 300 g uzorka sa tačnošću 0,01 g, zatim izreže na režnjeve debljine 1 do 1,5 cm koji se suše na vazduhu ili temperaturi od 40 °S do 50 °S. Posle sušenja uzorak se izmeri kako bi se mogla izračunati količina vode u prethodno osušenom uzorku. Potom se uzorak samelje, bez gubitka, tako da prolazi kroz sito otvora veličine 1 mm.

Ako su proizvodi velike mase, oštrom nožem se prepolove ili iseku na četiri jednaka dela, a zatim se polovina ili dve suprotne četvrtine proizvoda prethodno suše kao što je navedeno.

Proizvode sa malim sadržajem vode (dvopek i sl.) nije potrebno prethodno sušiti. Potrebna količina uzorka iznosi 100 do 200 g.

Postupak

Izmeri se 3 do 5 g prethodno osušenog, usitnjenog i promešanog uzorka u osušenoj i izmerenoj metalnoj posudi, sa tačnošću 0,01 g, i suši 90 min na temperaturi od 130 °S i, posle hlađenja u eksikatoru, odmeri. Sušenje proizvoda koji sadrže više od 5% masti obavlja se na 105 °S do konstantne mase.

Ako je potrebno da se odredi samo količina vode u sredini proizvoda kora se odstrani, a sa sredinom se postupa na isti način kao što je opisano ili se metalnim cilindrom, prečnika 3 do 4 cm, izvadi nekoliko uzoraka.

U izveštaju o izvršenoj analizi uvek treba navesti da li se rezultati odnose samo na sredinu proizvoda ili na proizvod sa korom.

Ako se ne može odrediti količina vode u proizvodu neposredno posle prijema uzorka za analizu, odredi se njegova masa, a zatim se pre analize ponovo izmeri. Iz odmerne mase, kao i utvrđene količine vode u uzorku, izračunava se količina vode u proizvodu.

Izračunavanje

Količina vode *a* izražava se u procentima i izračunava se po sledećoj formuli:

$$a = V_1 + V_2 + V_3$$

gde je:

V_1, V_2, V_3 - količina vode određena u pojedinim fazama rada, izražena u procentima u odnosu na proizvod u polaznom stanju:

$$V_1 = [(m_1 - m_2)/m_1] \cdot 100$$

gde je:

V_1 - količina vode nastala sušenjem od trenutka prijema ili uzimanja uzorka do početka analize;

m_1 - polazna masa proizvoda, u grmima;

m_2 - masa proizvoda pre početka ispitivanja;

$$V_2 = [(m_3 - m_4)/m_3](100 - V_1)$$

gde je:

V_2 - količina vode u masi posle sušenja na temperaturi od 40 do 50 °S, izražena u procentima u odnosu na proizvod u procentnom stanju;

m_3 - masa clog, polovine ili četvtine proizvoda koji je meren za sušenje na temperaturi od 40 do 50 °S, u gramima;

m_4 - masa osušenog uzorka za 40 do 50 °S pre usitnjavanja, u gramima;

$$V_3 = [(m_5 - m_6)/m_5] \cdot (100 - V_1 - V_2)$$

gde je:

V_3 - prosečna vrednost u masi dva paralelna ispitivanja pri konačnom analitičkom određivanju na 130 °S ili 105 °S, izražena u procentima u odnosu na proizvod u polaznom stanju;

m_5 - masa usitnjenog grubo osušenog uzorka;

m_6 - masa uzorka posle konačnog sušenja.

2. Određivanje kiselinskog stepena sredine hleba - volumetrijsko određivanje

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) porculanski tarionik;
- 2) birete;
- 3) birete;
- 4) graduisani cilindar, zapremine 100 ml.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) rastvor natrijum-hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 2) 1%-ni rastvor fenolftaleina u neutralnom etanolu;
- 3) aceton, neutralni.

Postupak

Odmeri se 5 do 10 g sredine uzorka hleba, nakvasi u porculanskom tarioniku sa 5 ml neutralnog acetona (usled čega se sredina raspadne i dalje lakše obrađuje), a zatim homogenizuje sa 100 ml sveže prokuvane i ohlađene vode. Smesi se doda 1 ml etanolskog rastvora fenolftaleina i odmah titrira sa 0,1 mol (NaOH)/ l do crvenkaste boje, koja treba da

potraje bar 15 sekundi. Kod tamnog hleba je teško zapaziti promenu boje, pa treba primeniti elektrometrijsku titraciju.

Izračunavanje

Kiselost se izražava kao "kiselinski stepen", koji označava broj mililitara 1-molarnog rastvora alkalija potrebnih za neutralizaciju ukupnih kiselina u 100 g sredine hleba i izračunava se po sledećoj formuli:

$$(a \cdot 10)/b$$

gde je:

a - utrošen broj mililitara 0,1 mol (NaOH)/l za neutralizaciju ukupnih kiselina;

b - odmerena masa uzorka.

Ponovljivost

Dozvoljena odstupanja između dva određivanja koja je paralelno ili jedno za drugim izvršio isti analitičar kod kiselinskog stepena od 5 mogu da iznose do 0,3 jedinice, a kod većeg kiselinskog stepena od 5 do 0,5 jedinica.

Elektrometrijsko određivanje

Pribor

Koristi se uređaj za elektrometrijsku titraciju.

1) uređaj za elektrometrijsku titraciju.

Reagensi

Kao reagens se koristi:

1) rastvor natrijum-hidroksida, $s(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Postupak

U čaši zapremine 20 ml homogenizuje se 10 g sredine hleba sa 100 ml sveže prokuvane i ohlađene vode tako da ne ostanu grudvice. Uz stalno mešanje pušta se po jedna kap u sekundi 0,1 mol (NaOH)/l, dok se ne postigne pH vrednost 8,5. Potrošena količina ml 0,1 mol (NaOH)/l kod odmerene mase od 10 g daje neposredno stepen kiselosti. Titracija se obavlja do postignute pH vrednosti 8,5, tako da se rezultati mogu uporediti sa uobičajenom titracijom, vodene suspenzije uz fenolftalein, čija se boja menja pri navedenoj pH vrednosti.

3. Određivanje količine sirovih proteina (makropostupak)

Princip

Količina belančevina određuje se indirektno izračunavanjem iz količine azota određenog Kjeldalovom metodom. Dobijeni rezultat za azot množi se faktorom 6,25 da bi se dobila količina belančevina.

Postupak

Meri se oko 1,5 do 2 g na vazduhu sušenog uzorka, sa tačnošću 0,001 g i dobro promeša, ili 5 g dobro promešanog uzorka svežeg proizvoda.

S obzirom na to da je u tako maloj količini svežeg proizvoda teško postići odnos kore i sredine, za ispitivanje na vazduhu bolje je uzeti sušenu materiju (kao pri određivanju količine vode). Odmereni uzorak stavi se u Kjeldalovu tikvicu zapremine 500 ml i dalje postupa na način opisan pri određivanju količine belančevine u žitu i mlinskim proizvodima.

4. Određivanje količine masti po Weibull-Stoldt

Količina masti u pekarskim proizvodima određuje se posle tretiranja hlorovodoničnom kiselinom i ekstrakciji masti kao što je opisano u metodi pod 15 ovog pravilnika. Na taj način, razgradnjom sa kiselinom, dobijena mast ne može se upotrebiti za određivanje kiselinskog broja i refrakcije.

Postupak i način izračunavanja isti su kao pri određivanju masti u žitu i mlinskim proizvodima.

5. Određivanje količine mleka iz količine laktoze

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) autoklav;
- 2) centrifuga;
- 3) termostat;
- 4) tarionik sa tučkom prečnika oko 8 cm;
- 5) odmerne tikvice, zapremine 50 ml i 500 ml;
- 6) levak prečnika od 6 do 8 cm;
- 7) konusna tikvica, erlenmajer, zapremine 200 ml, 300 ml, 500 ml;
- 8) pipete zapremine 5 ml, 25 ml i 100 ml;
- 9) lončić za filtriranje;
- 10) boca - sisaljka;
- 11) cilindar za merenje, zapremine 100 ml;
- 12) naborani filtrir-papir.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) odmeri se 1 do 2 peptona i 2 g natrijum-hlorida, rastvori u 100 ml vode i sterilise 20 minuta u autoklavu na temperaturi od 115 °S;
- 2) pekarski kvasac: 25 g svežeg pekarskog kvasca ispere se pet puta sa po 100 ml vode i posle svakog pranja centrifugira.
Voda dobijena prilikom poslednjeg ispiranja mora biti potpuno bistra. Isprani kvasac homogenizuje se zatim sa 100 ml vode i čuva na temperaturi do 4 °S. Suspenzija kvasca može se upotrebiti najduže 24 h posle pripreme;
- 3) rastvor Fehling I: odmeri se 34,6 g bakar-sulfata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{N}_2\text{O}$), rastvori se u vodi u odmernoj tikvici zapremine 500 ml i do oznake dopuni vodom;
- 4) rastvor Fehling II: odmeri se 173 g kalijum-natrijum-tartarata i 50 g natrijum-hidroksida, rastvori se u vodi i, kad se ohladi, dopuni se vodom u odmernoj tikvici zapremine 500 ml.

Postupak

Odmeri se 25 g sredine uzorka pekarskog proizvoda kome je prethodno određena količina vode, homogenizuje se sa nešto vode u tarioniku, zatim uz ispiranje vodom (ukupno 250 ml) prenese u odmernu tikvicu zapremine 500 ml, mučka nekoliko minuta, do oznake dopuni vodom, promeša i ostavi nekoliko sati na sobnoj temperaturi. Tečnost nad talogom zatim se dekantuje preko filtrir-papira i 100 ml bistrog filtrata otpipetira u konusnu Erlenmajer-tikvicu zapremine 200 ml, doda 5 ml peptonskog rastvora, nekoliko krhotina porculana, oprezno zagreje do ključanja, upari na 10 do 12 ml, a zatim začepi vatom i sterilise 20 min na temperaturi od 115 °S. Kad se ohladi, doda se, pod sterilnim uslovima, pekarski kvasac i ostavi u termostatu 30 h na temperaturi od 30 °S. Posle toga se prokuva, prenese, uz ispiranje vodom, u odmernu tikvicu zapremine 50 ml, do oznake dopuni vodom, promeša i filtrira. U 25 ml filtrata odredi se količina laktoze po Soxhlety. Po 25 ml rastvora Fehling I i Fehling II i 25 ml rastvora laktoze (filtrat) zagreje se do ključanja i kuva 6 min.

Talog se ispere vrućom vodom (50 °S), pri čemu se vodi računa o tome da sav talog bakar-oksida dospe na filtrir i da bude pokriven tečnošću. Na kraju se talog opere sa 10 ml

alkohola i 10 ml etra. Lončić se u termostatu suši pola sata na temperaturi 100 do 105 °S ± 1 °S, ohladi u eksikatoru pola sata i meri. Prema dobijenoj količini bakar-oksida, iz tabele 9 se očitava odgovarajuća vrednost za laktozu.

Tabela 9

Bakarni oksidul, u mg	Bakar, u mg	Laktoza, u mg
10	8,9	5,1
11	9,8	5,8
12	10,7	6,4
13	11,5	7,1
14	12,4	7,7
15	13,3	8,4
16	13,2	9,0
17	15,1	9,7
18	16,0	10,3
19	16,9	11,0
20	17,8	11,6
21	18,6	12,3
22	19,5	12,9
23	20,4	12,6
24	21,3	14,2
25	22,2	14,8
26	23,1	15,5
27	24,0	16,2
28	24,9	16,8
29	25,8	17,5
30	26,6	18,1
31	27,5	18,7
32	28,4	19,4

33	29,3	20,0
34	30,2	20,7
35	31,1	21,3
36	32,0	22,0
37	32,9	22,6
38	33,7	23,8
39	34,6	23,9
40	35,5	24,6
41	36,4	25,2
42	37,3	25,9
43	38,2	26,5
44	39,1	27,2
45	40,0	27,8
46	40,8	28,5
47	41,7	29,1
48	42,6	29,8
49	43,5	30,4
50	44,4	31,1
51	45,3	31,7
52	46,2	32,4
53	47,1	33,0
54	48,0	33,7
55	48,8	34,3
56	49,7	34,9
57	50,6	35,6
58	51,5	36,2
59	52,4	36,9

60	53,3	37,5
61	54,2	38,2
62	55,1	38,8
63	55,9	39,4
64	56,8	40,1
65	57,7	40,8
66	58,6	41,4
67	59,5	42,0
68	69,4	42,7
69	60,3	43,3
70	62,2	44,0
71	63,0	44,6
72	63,9	45,3
73	64,8	45,9
74	65,7	46,6
75	66,6	47,2
76	67,5	47,9
77	68,4	48,5
78	69,3	49,2
79	70,2	49,3
80	74,6	53,1
81	71,0	50,4
82	71,9	51,1
83	72,3	51,8
84	73,7	52,4
85	75,5	53,7
86	76,4	54,4

87	77,3	55,0
88	78,1	55,7
89	79,0	56,3
90	79,9	57,0
91	80,8	57,6
92	81,7	58,2
93	82,6	58,9
94	83,5	59,6
95	84,4	60,2
96	85,2	60,8
97	86,1	61,4
98	87,0	62,1
99	87,9	62,8
100	88,8	63,4
101	89,7	64,0
102	80,6	64,6
103	91,5	65,3
104	92,3	66,0
105	93,2	66,6
106	94,1	67,2
107	95,0	67,9
108	95,9	68,6
109	96,8	69,2
110	97,7	69,9
111	98,6	70,5
112	99,4	71,2
113	100,3	71,9

114	101,2	72,5
115	102,1	73,2
116	103,0	73,8
117	103,9	74,5
118	104,8	75,1
119	105,7	75,8
120	106,6	76,5
121	107,4	77,1
122	108,3	77,7
123	109,2	78,4
124	110,1	79,1
125	111,0	79,8
126	111,9	80,4
127	112,8	81,0
128	113,7	81,7
129	114,5	82,3
130	115,4	83,0
131	116,3	83,7
132	117,2	84,4
133	118,1	85,0
134	119,0	85,6
135	119,9	86,3
136	120,8	87,0
137	121,6	87,7
138	122,5	88,3
139	123,4	89,0
140	124,3	89,6

141	123,2	90,3
142	126,1	91,0
143	127,0	91,6
144	127,9	92,2
145	128,8	92,9
146	129,6	93,6
147	130,5	94,3
148	131,4	94,9
149	132,3	95,6
150	1333,32	96,2
151	134,1	96,9
152	135,0	97,6
153	135,9	98,6
154	136,8	98,8
155	137,6	99,5
156	138,5	100,2
157	139,4	100,8
158	140,3	101,5
159	141,2	102,2
160	142,1	102,8
161	143,0	103,5
162	143,9	104,2
163	144,7	104,9
164	145,6	105,6
165	146,5	106,2
166	147,4	106,9
167	148,3	107,6

168	149,2	108,2
169	150,1	108,9
170	151,0	109,6
171	151,8	110,2
172	152,7	110,9
173	153,6	111,6
174	154,5	112,3
175	155,4	113,0
176	156,3	113,6
177	157,2	114,3
178	158,1	115,0
179	159,0	115,6
180	159,8	116,3
181	160,7	117,0
182	161,6	117,6
183	162,5	118,3
184	163,4	119,0
185	164,3	119,7
186	165,2	120,3
187	166,1	121,0
188	166,9	121,7
189	167,8	122,4
190	168,7	123,0
191	169,6	123,7
192	170,5	124,3
193	171,4	125,0
194	172,3	125,6

195	173,2	126,3
196	174,0	127,0
197	174,9	127,7
198	175,8	128,4
199	176,7	129,1
200	177,6	129,7
201	178,5	130,4
202	179,4	131,1
203	180,3	131,8
204	181,2	132,4
205	182,0	133,1
206	182,9	133,8
207	183,8	134,5
208	184,7	135,2
209	185,6	135,8
210	186,5	136,5
211	187,4	137,3
212	188,3	137,9
213	189,1	138,6
214	190,0	139,3
215	190,9	140,0
216	191,8	140,6
217	192,7	141,3
218	193,6	142,0
219	194,5	142,6
220	195,4	143,3
221	196,2	144,0

222	197,1	144,7
223	198,0	145,4
224	198,9	146,1
225	199,8	146,8
226	200,7	147,5
227	201,6	148,1
228	202,5	148,8
229	203,4	149,4
230	204,2	150,1
231	205,1	150,8
232	206,0	151,4
233	206,9	152,1
234	207,8	152,8
235	208,7	153,4
236	209,6	154,1
237	210,5	154,8
238	211,3	155,4
239	212,2	156,1
240	213,1	156,8
241	214,0	157,4
242	214,9	158,1
243	215,8	158,7
244	216,7	159,4
245	217,6	160,1
246	218,4	160,7
247	219,3	161,4
248	220,2	162,0

249	221,1	162,7
250	222,0	163,4
251	222,9	164,0
252	223,8	164,7
253	224,7	165,1
254	225,6	166,0
255	226,4	166,7
256	227,3	167,3
257	228,2	168,0
258	229,1	168,7
259	230,0	169,4
260	230,9	170,0
261	231,8	170,7
262	232,7	171,3
263	233,5	172,0
264	234,4	172,6
265	235,3	173,3
266	236,2	174,0
267	237,1	174,7
268	238,0	175,4
269	238,9	176,1
270	239,8	176,8
271	240,6	177,5
272	241,5	178,2
273	242,4	178,6
274	243,3	179,5
275	244,2	180,2

276	245,1	180,9
277	246,0	181,6
278	246,9	182,3
279	247,8	183,0
280	248,6	183,6
281	249,5	184,3
282	250,4	185,0
283	251,3	185,7
284	252,2	186,4
285	253,1	187,1
286	254,0	187,8
287	264,9	188,5
288	255,7	189,1
289	256,6	190,1
290	257,5	190,5
291	258,4	191,2
292	259,3	191,9
293	260,2	192,6
294	261,1	193,3
295	262,0	194,0
296	262,8	194,7
297	263,7	195,4
298	264,6	196,0
299	265,5	196,7
300	266,4	197,4
301	267,3	198,1
302	268,2	198,8

303	269,1	199,5
304	270,0	200,2
305	270,8	200,9
306	271,7	201,6
307	272,6	202,3
308	273,5	203,0
309	274,4	203,7
310	275,3	204,4
311	276,2	205,2
312	277,1	205,9
313	277,9	206,6
314	278,8	207,3
315	279,7	208,0
316	280,6	208,7
317	281,5	209,5
318	282,4	210,2
319	283,3	210,9
320	284,2	211,6
321	285,0	212,3
322	285,9	213,0
323	286,8	213,7
324	287,7	214,4
325	288,6	215,2
326	289,5	215,9
327	290,4	216,6
328	291,3	217,3
329	292,2	218,0

330	293,0	218,8
331	293,0	219,5
332	294,8	220,2
333	295,7	220,9
334	296,6	221,6
335	297,5	222,4
336	298,4	223,1
337	299,3	223,8
338	300,1	224,5
339	301,0	225,2

Bakarni oksidul, u mg	Bakar, u mg	Laktoza, u mg
340	301,9	225,9
341	302,8	226,6
342	303,7	227,2
343	304,6	227,9
344	305,5	228,6
345	306,4	229,3
346	307,2	230,0
347	308,1	230,7
348	309,0	231,4
349	309,9	232,1
350	310,8	232,8
351	311,7	233,5
352	312,6	234,2
353	313,5	234,9
354	314,4	235,6

355	315,2	236,3
356	316,1	237,1
357	317,0	237,7
358	317,9	238,4
359	318,8	239,1
360	319,7	239,8
361	320,6	240,5
362	321,5	241,2
363	322,3	241,8
364	324,2	242,5
365	324,1	243,2
366	325,0	244,0
367	325,9	244,6
368	326,8	245,2
369	327,7	245,9
370	328,6	246,6
371	329,4	247,3
372	330,3	248,0
373	331,2	248,7
374	332,1	249,4
375	333,0	250,1
376	333,9	250,8
377	334,8	251,6
378	335,7	252,3
379	336,6	253,0
380	337,4	253,7
381	338,3	254,4

382	339,2	255,1
383	340,1	255,8
384	341,0	256,6
385	341,9	257,8
386	342,8	258,0
387	343,7	258,7
388	344,5	259,5
389	345,4	260,2
390	346,3	260,9
391	347,2	261,6
392	348,1	262,3
393	349,0	263,1
394	349,9	263,8
395	350,8	264,5
396	351,6	265,2
397	352,5	265,9
398	353,4	266,7
399	354,3	267,4
400	355,2	268,1
401	356,1	268,8
402	357,0	269,6
403	357,9	270,3
404	358,8	271,0
405	359,6	271,8
406	360,5	272,5
407	361,4	273,2
408	362,3	274,0

409	363,2	274,7
410	364,1	275,5
411	365,0	276,2
412	365,9	276,9
413	366,7	277,7
414	367,6	278,4
415	368,5	279,1
416	369,4	279,9
417	370,3	279,9
418	371,2	281,4
419	372,1	282,2
420	373,0	283,0
421	373,8	283,7
422	374,7	284,5
423	375,6	285,2
424	376,5	286,0
425	377,4	286,8
426	378,3	287,6
427	379,2	288,3
428	380,1	289,1
429	381,0	289,9
430	381,8	290,7
431	382,7	291,4
432	383,6	292,2
433	384,5	293,0
434	385,4	293,8
435	386,3	294,5

436	387,2	295,3
437	388,1	296,0
438	388,9	294,8
439	389,8	297,6
440	390,7	298,4
441	391,6	299,2
442	392,5	299,9
443	393,4	300,7
444	394,3	301,4
445	395,2	302,2
446	396,0	303,0
447	396,9	303,7
448	397,8	304,5
449	398,7	305,2
450	399,6	306,0

Količina šećera izračunata kao laktoza za pekarske proizvode bez mleka iznosi od 0,13 do 0,19%. Količina dodanog mleka izračunava se na osnovu teorijske količine laktoze kod pekarskih proizvoda i mleka (4,8%) ili, tačnije, prema količini laktoze u upotrebljenom mleku, ako je ta količina poznata.

Vrednosti od 2,25 do 2,6 laktoze ukazuju na pecivo zamešeno samo sa mlekom.

6. Određivanje količine natrijum-hlorida iz alkalizovanog pepela

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) porculanska posudica, prečnika 5-6 cm;
- 2) graduisana pipeta zapremine 10 ml, 25 ml;
- 3) odmerna tikvica zapremine 100 ml;
- 4) bireta, zapremine 25 ml;
- 5) konusne erlenmajer-tikvice zapremine 100 ml;
- 6) tikvica zapremine 100 ml.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) 5%-ni rastvor natrijum-karbonata;
- 2) koncentrovana HNO₃;
- 3) rastvor amonijum-rodanida, c(NH₄SCN) = 0,01 mol/l;
- 4) rastvor srebro-nitrata, c(AgNO₃) = 0,1 mol/l;

5) hladno zasićen rastvor feroamonijum-sulfata, zakiseli se sa toliko sumporne kiseline da nastane smeđa boja.

Postupak

Odmeri se oko 10 g usitnjenog uzorka, sa tačnošću 0,001 g, u prethodno izžarenu, ohlađenu i odmernu porculansku posudicu, promeša sa 10 ml 5%-nog rastvora natrijum-karbonata, ispari na vodenom kupatilu, suši 1 h u sušnici na 103 do 105 °S i oprezno spaljuje (ne preko 600 °S), u početku malim plamenom, dok se ne dobije beli pepeo. Posle hlađenja, doda se vruća voda i postepeno azotna kiselina, pa se prenese u tikvicu zapremine 100 ml. Posuda se ispere azotnom kiselinom i nekoliko puta vodom.

Tikvica se greje da bi se istisnuo ugljen-dioksid. Ohlađeni rastvor prenese se u odmernu tikvicu zapremine 100 ml, uz ispiranje vodom više puta, dopuni do oznake i promeša. U 25 ml rastvora doda se 10 ml rastvora srebro-nitrata, 1 ml rastvora feriamonijum-sulfata, promeša se, pa se višak srebro-nitrata retitrira sa 0,1 mol/l (NH₄CNS) do crvenkaste boje.

Izračunavanje

1 ml 0,01 mol/l rastvora srebro-nitrata odgovara 0,00585 g natrijum-hlorida.
količina NaCl = [(b-c) · 0,00585 · 4 · 100]/a

gde je:

a - odmerena količina uzorka, u gramima;

b - broj mililitara dodatog rastvora srebro-nitrata;

c - broj mililitara utrošenog rastvora amonijum-rodanida.

Određivanje direktnom titracijom

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) tarionik s izlivom zapremine 150 do 200 ml;
- 2) odmerna tikvica zapremine 200 ml;
- 3) pipete graduisane, zapremine 1 ml i 10 ml;
- 4) levak prečnika 6 do 7 cm;
- 5) konusne erlenmajer-tikvice zapremine 100 ml i 200 ml;
- 6) pipete zapremine 25 ml i 50 ml;
- 7) bireta zapremine 25 ml.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) 10%-ni rastvor taninske kiseline;
- 2) rastvor olovo-acetata: odmeri se 60 g olovo-acetata (C₂N₃O₂) Pb · 3 H₂O, izmeša u tarioniku sa 20 g olovne gledi (PbO) i prenese u čašu zapremine 300 do 400 ml, doda se 10 ml vode, promeša, pokrije sahatnim staklom i zagreva na vodenom kupatilu dok cela masa ne postane jednolično bela ili crvenkastobela. Zatim se, uz mešanje staklenim štapićem, dodaje, malo po malo, još 100 ml vode. Mutna tečnost prelije se u bocu i boca začepi. Kad se talog slegne, a tečnost sa talogom postane potpuno bistra, ona se dekantuje;
- 3) zasićen rastvor natrijum-sulfata;
- 4) rastvor srebro-nitrata, c(AgNO₃) = 0,1 mol/l;
- 5) 10%-ni rastvor kalijum-hromata.

Postupak

Odmeri se 5 do 10 g uzorka svežeg ili prethodno sušenog pekarskog proizvoda i 10 do 15 minuta meša se 100 ml vode u tarioniku s izlivkom. Zatim se dekantuje u tikvicu zapremine 200 ml, ostatak ispere nekoliko puta sa 6 do 7 ml vode i prebaci u odmernu tikvicu, doda, radi bistrenja, 10 ml 10%-nog rastvora taninske kiseline, promeša se i doda 7 ml rastvora olovo-acetata. Sadržina se ponovo promeša, a zatim do oznake dopuni zasićenim rastvorom natrijum-sulfata, promeša i filtrira; 25 ili 50 ml bistrog filtrata titrira se sa 0,1 mol (AgNO₃)/l uz 1 ml 10%-nog rastvora kalijum-hromata kao indikatora, do pojave crvenkaste boje.

Izračunavanje

Jedan mililitar 0,1 mol rastvora srebro-nitrata odgovara 0,00585 g natrijum-hlorida.

količina NaCl u 100 g

pekarskog = $(a \cdot 0,00585 \cdot 100)/b$

proizvoda, (%)

gde je:

a - 0,1 mol (AgNO₃)/l potrošenog za titraciju, u mililitrima;

b - masa pekarskog proizvoda uzeta u postupak, u gramima.

7. Određivanje količine pepela

Količina pepela određuje se i izračunava na isti način kao što je opisano u metodi određivanja količine pepela u žitu i mlinskim proizvodima, osim što se uzorak mora pripremiti na sledeći način. Odmeri se 50 do 100 g uzorka i dvostepeno suši po postupku za određivanje vode u pekarskim proizvodima. Uzorak se samelje na mlinu predviđenom za mlevenje žita. Od homogenizovanog uzorka odmerava se potrebna količina i postupa po propisanoj metodi.

8. Određivanje količine sirove celuloze

Količina sirove celuloze određuje se i izračunava na isti način kao što je opisano u metodi - Određivanje količine sirove celuloze kod žita i mlinskih proizvoda, osim što se mora izvršiti posebna priprema uzorka. Uzorak se najpre nakvasi acetonom, pri čemu se potpuno raspadne, a zatim se doda sumporna kiselina i dalje određuje sirova celuloza.

9. Određivanje količine ukupnih šećera po Luff- Schoorlu

Princip

Princip se zasniva na principu da redukujući šećeri (prirodni invert) u određenim uslovima prevode kuprisulfat (CuSO₄) iz Lufovog rastvora u bakar-oksidul (Cu₂O). Neutrošena količina kupri-jona retitrira se rastvorom tiosulfata. Iz razlike utroška za slepu probu i probu očita se količina šećera iz tabele.

Neredukujući disaharid (saharoza) mora se prethodno invertovati, odnosno hidrolizovati na redukujuće monosaharide pomoću kiseline, a zatim se određuju pomoću Lufovog reagensa. Na taj način se dobija podatak o ukupnoj količini šećera u ispitivanom uzorku (ukupni invert).

Iz razlike između dobijenog ukupnog inverta i prirodnog inverta dobija se količina redukujućih šećera nastalih inverzijom saharoze.

Aparatura i pribor

Koristi se sledeća aparatura i pribor:

- 1) pipeta, zapremine 10 ml i 25 ml;
- 2) konusna tikvica (erlenmajer), zapremine 300 ml;
- 3) odmerne tikvice, zapremine 100 ml, 200 ml i 500 ml.

Reagensi

Koriste se sledeći reagensi:

1) Lufov reagens:

- rastvor bakar-sulfata: rastvori se 25 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ u 100 ml vode;

- rastvor limunske kiseline: rastvori se 50 g $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ u 50 ml vode;

- rastvor natrijum-karbonata: rastvori se 143 g bezvodnog Na_2CO_3 u približno 300 ml tople vode i ohladi.

U odmernu tikvicu zapremine 1000 ml unese se rastvor natrijum-karbonata i, uz oprezno mešanje, doda rastvor limunske kiseline. Meša se do nestanka ugljen-dioksida, a zatim se doda rastvor bakar-sulfata i dopuni do 1 l. Ostavi se preko noći i, ako je potrebno, filtrira. Kontroliše se modalitet;

$c \text{Cu} = 0,1 \text{ mol/l}$; $c \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{SO}_3 = 2 \text{ mol/l}$

2) rastvor natrijum-tiosulfata $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;

3) rastvor skroba: u litar ključale vode doda se 5 g rastvorljivog skroba izmešanog sa 30 ml vode, kuva 3 min, ohladi i eventualno doda 10 mg merkuri-jodida kao konzervansa;

4) sumporna kiselina $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ mol/l}$;

5) rastvor kalijum-jodida, 30% (m/V);

6) plovučac, iskuvan u hlorovodoničnoj kiselini, ispran i osušen;

7) izopentanol;

8) natrijum-hidroksid $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

9) hlorovodonična kiselina $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$;

10) 1%-ni rastvor fenolftaleina u etanolu;

11) rastvor Carrez I: rastvori se 21,95 g cink-acetata $\text{Zn}(\text{SN}_3\text{SOO})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ili 24 g cink-acetata $\text{Zn}(\text{SN}_3\text{SOO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ i 3 g glacijalne sirćetne kiseline i dopuni vodom do 100 ml;

12) rastvor Carrez II: rastvori se 10,6 g kalijum-heksacijanoferata $/\text{K}_4\text{Fe}(\text{SN})_6 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}/$, rastvori se u dopuni vodom do 100 ml;

13) hlorovodonična kiselina, koncentrovana ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/cm}^3$);

14) rastvor natrijum-hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

Kontrola reagensa po Luff-Schoorlu

a) Otpipetira se 25 ml reagensa po Lufu, doda se 3 g kalijum-jodida i 25 ml 6 mol/l sumporne kiseline. Titrira se 0,1 mol/l rastvorom natrijum-tiosulfata, uz prisustvo skroba koji se dodaje pri kraju titracije.

Količina utrošenog 0,1 mol/l natrijum-tiosulfata mora da iznosi 25 ml (ako ne iznosi 25 ml, treba dodati CuSO_4).

b) U odmernu tikvicu zapremine 100 ml otpipetira se 10 ml reagensa po Lufu i dopuni se vodom do oznake. U konusnoj tikvici pomeša se 10 ml razređenog reagensa sa 25 ml 0,1 mol/l hlorovodonične kiseline i zagreba 10 min na ključalom vodenom kupatilu. Rastvor se zatim ohladi i dopuni sveže prokuvanom vodom do početne zapremine, a zatim se titrira 0,1 mol/l rastvorom natrijum-hidroksida uz fenolftalein. Količina utrošenog 0,1 mol/l rastvora natrijum-hidroksida mora da iznosi između 5,5 ml i 6,5 ml.

v) Otpipetira se 10 ml razređenog reagensa i titrira sa 0,1 mol/l rastvorom hlorovodonične kiseline, uz fenolftalein, do nestanka ljubičaste boje. Količina utrošenog rastvora hlorovodonične kiseline mora iznositi od 6 ml do 7,5 ml.

g) rN vrednost Lufovog reagensa na temperaturi 20 °S iznosi 9,3 do 9,4.

Pripremanje uzorka

Odmeri se 5 do 10 g uzorka, sa tačnošću od 0,001 g u čašu zapremine 400 ml i doda 200 ml vode. Balastne materije se odstrane dodatkom 5 ml rastvora Carrez I i 5 ml rastvora Carrez II. Posle svakog dodavanja, sadržaj se dobro pomeša. Celokupna količina se prenese u odmernu tikvicu zapremine 250 ml, dopuni do oznake, pomeša i filtrira. To je filtrat I.

Određivanje redukovanih šećera

U odmernu tikvicu zapremine 100 ml otpipetira se 25 ml filtrata I i do oznake dopuni vodom. U konusnu tikvicu zapremine 300 ml otpipetira se 25 ml Lufovog rastvora, doda 25 ml razređenog filtrata I (treba da sadrži 15 do 60 mg šećera) i doda plovuac.

Konusna tikvica se zagreva direktno na plameniku, do ključanja, koje treba da započne posle 2 min. Ključanje se nastavlja na azbestnoj mrežici sa okruglim otvorom prečnika 6 cm do 7 cm, a konusna tikvica se, pomoću gumenog zapašaća, spoji sa povratnim hladnjakom. Od momenta ključanja kuva se tačno 10 minuta, posle čega se sadržaj tikvice hladi pod vodenim mlazom. Posle 5 min doda se 10 ml rastvora kalijum-jodida, i postepeno 25 ml 6 mol/l rastvora sumporne kiseline. Rastvor sumporne kiseline mora se dodavati oprezno, zbog mogućnosti stvaranja pene, a zatim se titrira 0,1 mol/l rastvorom natrijum-tiosulfata, uz neprekidno mešanje, sve dok boja ne postane žuta. Tome se doda nekoliko mililitara rastvora skroba i nastavi tretiranje natrijum-tiosulfatom, kap po kap, do potpunog nestanka plave boje.

U istim uslovima mora se izvršiti i slepa proba sa istom količinom Lufovog reagensa, s tim što se umesto razređenog filtrata I dodaje 25 ml vode.

Izračunavanje redukovanih šećera

U postupak je uzeto 5 g uzorka, a razređivanje je vršeno na sledeći način:

- 5 g razređeno je do 250 ml;
- 25 ml razređeno je do 100 ml.

Ako je za titraciju slepe probe (Sp) utrošeno 24,9 ml 0,1 mol/l rastvora $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, a za titraciju probe (P) 20,9 ml istog rastvora $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, izračunava se razlika $(\text{Sp} - \text{P}) = 4,0$ ml što odgovara očitanoj vrednosti iz tabele 10 od 9,7 mg prirodnog inverta.

$$\text{procent prirodnog inverta} = (250 \cdot 100 \cdot 9,7 \cdot 100) / (5 \cdot 25 \cdot 25 \cdot 1000 \cdot 7,76) = 7,76$$

Određivanje ukupnih redukovanih šećera posle hidrolize

U odmernu tikvicu zapremine 100 ml otpipetira se 10 ml filtrata I, razredi se sa približno 30 ml vode i doda 0,5 ml koncentrovane hlorovodonične kiseline. Odmerna tikvica sa sadržajem stavi se na ključalo vodeno kupatilo da invertuje 30 min, a zatim neutrališe sa 1 mol/l rastvorom NaOH i do oznake dopuni vodom.

Dalji postupak je isti kao pri određivanju redukovanih šećera.

Ukupni redukovani šećeri izračunavaju se posle hidrolize.

U postupku je izmereno 5 g uzorka, a razređivanje je vršeno na sledeći način: 5 g razređeno je do 250 ml, od čega je otpipetirano 10 ml i razređeno do 100 ml. Za konačni postupak otpipetirano je 25 ml.

Za titraciju slepe probe (Sp) utrošeno je 24,9 ml 0,1 mol/l rastvora $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, a za titraciju probe (P) utrošeno je 9,9 ml istog rastvora, tako da razlika iznosi $(\text{Sp} - \text{P}) = 15$ ml, što odgovara vrednosti od 38,5 mg ukupnih redukovanih šećera posle hidrolize iz tabele 10.

$$\text{redukovanih šećera posle hidrolize} = \frac{\text{procent} \cdot 100 \cdot 38,5 \cdot 100}{(5 \cdot 10 \cdot 25 \cdot 1000)} = 77,0 \text{ ukupnih}$$

Izračunavanje procenta saharoze

Procent saharoze izračunava se po sledećoj formuli:

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

gde je:

a - procent redukovanih šećera;

b - procent ukupnih redukovanih šećera posle hidrolize.

Napomena: Posebno se mora voditi računa o količini šećera. Na 25 ml Lufovog rastvora dodaje se 25 ml razređenog filtrata I, koji sme da sadrži najmanje 15 ml a najviše 62 ml

redukujućih šećera izraženih kao glukoza. Da bi se sprečilo stvaranje pene, preporučuje se da se pre zakiseljavanja sumpornom kiselinom doda 1 ml izopentanol.

Tabela 10

Rastvor natrijum-tiosulfata $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, u ml	Glukoza, fruktoza ili invertni šećer	
	mg	razlika
1	2	3
1	2,4	-
2	4,8	2,4
3	7,2	2,4
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,6
12	30,2	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,9
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	2,9

21	56,0	2,9
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

10. Određivanje količine laktoze

Princip

U određenim uslovima redukujući šećer laktoza prevodi bakar-sulfat iz Lufovog rastvora u bakar-oksidi (Cu₂O). Neutrošena količina bakarnih (II jona) određuje se tako što se rastvoru doda kalijum-jodid, pri čemu dolazi do izlučivanja ekvivalentne količine elementarnog joda, koji se uz skrob odredi titracijom rastvorom natrijum-tiosulfata.

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) odmerni tikvica, zapremine 20 ml i 100 ml;
- 2) trbušaste pipete, zapremine 2 ml, 10 ml, 25 ml i 20 ml;
- 3) graduisane pipete, zapremine 10 ml;
- 4) Bihnerov levak;
- 5) konusna tikvica sa brušenim zatvaračem;
- 6) povratni hladnjak;
- 7) staklene kuglice.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) kalijum-oksalat, K₂S₂O₄ · 10 H₂O: odmeri se 10 g kalijum-oksalata, rastvori i do 100 ml dopuni destilovanom vodom;
- 2) dinatrijum-fosfat, Na₂NRO₄ · 12 H₂O: odmeri se 10 g dinatrijum-fosfata, rastvori i do 100 ml dopuni destilovanom vodom;
- 3) diatomejska zemlja: odmeri se 50 g Celite 545 i Celit-filter (Cel - 50 g), dobro se izmešaju i žare na temperaturi 800 °S;
- 4) Lufov reagens:
 - rastvor limunske kiseline; u 50 ml destilovane vode rastvori se 50 g S₆N₈O₇ · H₂O, p.a;
 - rastvor bakar-sulfata: u 100 ml destilovane vode rastvori se 25 g CuSO₄ · 5 H₂O, p.a;
 - rastvor natrijum-karbonata: odmeri se 143 g bezvodnog Na₂SO₃ ili 388 g Na₂SO₃ · 10 H₂O i rastvori se u 300 ml destilovane vode.

U rastvor natrijum-karbonata oprezno se doda rastvor limunske kiseline, lagano meša i kad se prestane stvarati SO₂ dodaje se rastvor bakar-sulfata i do 1 l dopuni destilovanom vodom. Rastvor se ostavi preko noći i, ako je potrebno, filtrira se;

- 5) rastvor natrijum-tiosulfata, 0,1 mol (Na₂S₂O₃)/l;
- 6) rastvor skroba, 1%-ni (m/V);
- 7) rastvor sumporne kiseline, 6 mol (1/2 H₂SO₄)/l;
- 8) kalijum-jodid, r.a.

Postupak

Količina uzorka podešava se prema količini laktoze, koja iznosi do 10 g. Uzorak se meri sa tačnošću 0,001 g.

Odmereni uzorak prenese se u odmernu tikvicu zapremine 100 ml i tikvica se do polovine dopuni destilovanom vodom čija je temperatura 80 °S. Ekstrakcija šećera traje 30 min, a

zatim se doda 10 ml $ZnSO_4$, promućka i posle 5 min doda još 8 ml rastvora natrijum-hidroksida.

Sadržaj tikvice se promućka, do 100 ml dopuni destilovanom vodom i filtrira preko Rihnerovog levka na vakuumu. Filtrat mora biti bistar i providan.

Otpipetira se 50 ml bistrog filtrata u odmernu tikvicu zapremine 200 ml, doda se 2 ml kalijum-oksilata i ostavi 1 min, a zatim se doda 2 ml dinatrijum-fosfata, do oznake dopuni destilovanom vodom i promeša.

Posle toga izlije se u čašu i na vrh noža doda diatomejske zemlje (dva puta), promeša i filtrira preko naboranog filtrir-papira.

U konusnu tikvicu zapremine 300 ml otpipetira se 25 ml Lufovog reagensa i 25 ml profiltriranog rastvora šećera. Doda se nekoliko kuglica za vrenje i spoji sa povratnim hladnjakom.

Tikvica se zagreje na azbestnoj mrežici, tako da sadržaj u njoj proključa u roku od 2 min, a zatim ostavi da kuva još 10 min.

Odmah se ohladi na sobnu temperaturu, doda se 3 g kalijum-jodida rastvorenog u malo destilovane vode, a zatim uz mešanje, vrlo oprezno doda 25 ml sumporne kiseline 6 mol ($1/2 H_2SO_4$)/l. Oslobođeni jod odmah se titrira rastvorom natrijum-tiosulfata, uz rastvor skroba kao indikator.

Na isti način se izvodi i slepa proba, samo što se umesto rastvora šećera dodaje odgovarajuća količina destilovane vode.

Izračunavanje

Od mililitara rastvora natrijum-tiosulfata utrošenih za slepu probu oduzmu se utrošeni mililitri rastvora natrijum-tiosulfata za analizu i, iz priložene tablice (11), očita se odgovarajuća masa anhidrida laktoze.

Količina laktoze izražava se u procentima anhidrida laktoze na suhu materiju i izračunava po sledećoj formuli:

$$L = (m \cdot 4)/n$$

$$L = (L - r) \cdot V$$

$$L = (L - 0,25) \cdot 0,95$$

gde je:

L - količina anhidrida laktoze, u procentima;

L - nekorigovana količina nahidrida laktoze, u procentima;

m - anhidrid laktoze očitani iz tablice, u miligramima;

n - upotrebljena zapremina 2,5%-nog rastvora šećera, u mililitrima;

r (0,25) - faktor korekcije zbog prisutnosti saharoze;

V (0,95) - faktor korekcije za zapreminu taloga.

Tabela 11

ml 0,1 mol ($Na_2S_2O_3$)/l	Laktoza anhidrid, u mg	Razlika	Laktoza hidrat, u mg	Razlika
1	3,6	3,7	3,8	3,9
2	7,3	3,7	7,7	3,9
3	11,0	3,7	11,6	3,9
4	14,7	3,7	15,5	3,9
5	18,4	3,7	19,4	3,9

6	22,1	3,7	23,3	3,9
7	25,8	3,7	27,2	3,9
8	29,5	3,7	31,1	3,9
9	33,2	3,7	35,0	3,9
10	37,0	3,8	39,0	4,0
11	40,8	3,8	43,0	4,0
12	44,6	3,8	47,0	4,0
13	48,4	3,8	51,0	4,0
14	52,2	3,8	55,0	4,0
15	56,0	3,9	59,0	4,1
16	59,9	3,9	63,0	4,1
17	63,8	3,9	67,2	4,1
18	67,7	4,0	71,3	4,2
19	71,7	4,0	75,5	4,2
20	75,7	4,1	79,7	4,3
21	79,8	4,1	84,0	4,3
22	83,9	4,1	88,3	4,3
23	88,0	4,1	92,6	

11. Određivanje kvaliteta (ocena osnovnih vrsta pšeničnog hleba)

Kvalitet osnovnih vrsta pšeničnog hleba određuje se po sistemu ponderisanih bodova. Za svako svojstvo kvaliteta daje se pojedinačna ocena u pet gradacija, od 1 do 5. Množenjem pojedinačne ocene koeficijentom važnosti za svako svojstvo kvaliteta dobija se zbirna ocena kvaliteta proizvoda.

Svojstva kvaliteta hleba i peciva su: volumen - koeficijent važnosti 4, spoljni izgled - koeficijent važnosti 3, izgled sredine - koeficijent važnosti 5, miris kore i sredine - koeficijent važnosti 3, ukus kore i sredine - koeficijent važnosti 5.

Zbir koeficijenata važnosti iznosi 20.

Vrednovanje svojstava kvaliteta hleba

1. Volumen hleba utvrđuje se merenjem obima po dužini i širini proizvoda santimetarskom trakom. Dobijene vrednosti se množe i daju broj koji predstavlja podatak za ocenjivanje volumena.

2. Spoljni izgled

Ocena

5 odličan	Oblik pravilan, boja i sjaj kore ujednačeni i svojstveni tipu hleba, hleb bez mehura i pukotina.
4 vrlo dobar	Oblik delimično nepravilan - malo spljošten, boja kore jedva primetno neujednačena, ali svojstvena tipu hleba, hleb bez mehura i pukotina
3 dobar	Oblik delimično nepravilan, neznatno spljošten, malo deformisan, boja kore primetno neujednačena, hleb bez mehura i pukotina.
2 zadovoljava	Oblik nepravilan - spljošten, malo nagnječen, boja kore neujednačena, sa pojavom bleđih pega ili jače obojenih mesta sa delimičnom pojavom mehura i pukotina s jedne strane.

BROJČANE VREDNOSTI ZA VOLUMEN

VRSTA HLEBA	Beli hleb od brašna tip 500	Polubeli hleb od brašna tip 800	Crni hleb od brašna tip 1100
1	2	3	4
Masa hleba	a) masa od 2 kg		
Ocena			
5 - odličan	iznad 5300	iznad 5150	iznad 4850
4 - vrlo dobar	od 5001 do 5300	od 4851 do 5150	od 4551 do 4850
3 - dobar	od 4701 do 5000	od 4551 do 4850	od 4251 do 4550
2 - zadovoljava	od 4401 do 4700	od 4251 do 4550	od 3951 do 4250
1 - ne zadovoljava	ispod 4401	ispod 4251	ispod 3951
	b) masa od 1 kg		
5 odličan	iznad 3500	iznad 3400	iznad 3200
4 - vrlo dobar	od 3301 do 3500	od 3201 do 3400	od 3001 do 3200
3 - dobar	od 3101 do 3300	od 3001 do 3200	od 2801 do 3000

2 - zadovoljava	od 2901 do 3100	od 2801 do 3000	od 2601 do 2800
1 - ne zadovoljava	ispod 2901	ispod 2801	ispod 2601
	c) masa od 0,8 kg		
5 - odličan	iznad 2900	iznad 2800	iznad 2650
4 - vrlo dobar	od 2701 do 2900	od 2601 do 2800	od 2451 do 2650
3 - dobar	od 2501 do 2700	od 2401 do 2600	od 2251 do 2450
2 - zadovoljava	od 2301 do 2500	od 2201 do 2400	od 2051 do 2250
1 - ne zadovoljava	ispod 2301	ispod 2201	ispod 2051
	d) masa od 0,750 kg		
5 - odličan	iznad 2750	iznad 2650	iznad 2500
4 - vrlo dobar	od 2551 do 2750	od 2451 do 2650	od 2301 do 2500
3 - dobar	od 2351 do 2550	od 2251 do 2450	od 2101 do 2300
2 - zadovoljava	od 2151 do 2350	od 2051 do 2250	od 1091 do 2100
1 - ne zadovoljava	ispod 2151	ispod 2051	ispod 1091
	e) masa od 0,500 kg		
5 - odličan	iznad 2310	iznad 2250	iznad 2110
4 - vrlo	do 2181 do 2310	od 2111	od 1981 do 2110

dobar		do 2250	
3 - dobar	od 2051 do 2180	od 1981 do 2110	od 1851 do 1980
2 - zadovoljava	od 1911 do 2050	od 1851 do 1980	od 1701 do 1850
1 - ne zadovoljava	ispod 1911	ispod 1851	ispod 1791

"Do" u tabeli uključuje i vrednost na koju se odnosi

PODACI O ODREĐIVANJU (OCENI) KVALITETA HLEBA

Naziv	RO	i	mesto
Ime	i	prezime	ocenjivača
Datum			ocenjivanja
Vrsta			proizvoda

Oznaka uzorka

Napomene

Napomene

Deklarisana masa

Utvrđena masa

Svojstva kvaliteta	koeficijent važnosti	ocena 1-5	broj bodova	ocena 1-5	broj bodova
--------------------	----------------------	-----------	-------------	-----------	-------------

Volumen

Spoljni izgled

Izgled sredine

Miris kore i sredine

Ukus kore i sredine

Zbir brojeva:

Potpis ocenjivača

1 ne zadovoljava Oblik nepravilan - veoma spljošten, znatno deformisan, nagnječen, kora nepečena, nagorela ili ugljenisana kora s ostacima ugljena, bez sjaja, sa izrazitom pojavom mehura i pukotina s obe strane.

3. Izgled sredine

Ocena

5 odličan Boja sredine ujednačena, svojstvena vrsti hleba, sredina potpuno povezana sa korom, odlične elastičnosti (h = 0 mm), dobro

	ispečena (nije gnjecava), bez grudvica soli i brašna, vodenastih prstenova i slaninastih slojeva, dobro ispečena.
4 vrlo dobar	Boja sredine jedva primetno neujednačena, svojstvena vrsti hleba, sredina potpuno povezana sa korom, elastičnost vrlo dobra (h = 1 do 3 mm), dobro ispečena (nije gnjecava), bez grudvica soli i brašna, vodenastih prstenova i slaninastih slojeva.
3 dobar	Boja sredine primetno neujednačena, svojstvena vrsti hleba, kora odvojena od sredine na dužini od 20 mm, elastičnost dobra (h = 4 do 7 mm) sredina malo vlažna, bez grudvica soli i brašna, vodenastih prstenova i slaninastih slojeva.
2 zadovoljava	Boja sredine neujednačena, malo tamnija od odnosne vrste hleba, kora odvojena od sredine na dužini 30 mm, elastičnost zadovoljava (h 8 do 10 mm), sredina malo gnjecava, sa jednom do dve grudvice soli i brašna, s uskim vodenastim prstenom, ali bez slaninastih slojeva.
1 ne zadovoljava	Boja sredine veoma neujednačena, znatno tamnija od odnosne vrste hleba, kora odvojena od sredine na dužini većoj od 30 mm, elastičnost ne zadovoljava (h = 10 mm), sredina gnjecava sa tri ili više grudvica soli i brašna, sa vodenastim prstenovima i slaninastim slojem.

4. Miris kore i sredine

Ocena

5 odličan	Miris veoma izražen, prijatan, svojstven vrsti hleba.
4 vrlo dobar	Miris izražen, prijatan, svojstven vrsti hleba, sa blagim mirisom na kvasac.
2 zadovoljava	Miris nedovoljno izražen, svojstven vrsti hleba, s izraženim mirisom kvasca.
1 ne zadovoljava	Miris nesvojstven vrsti hleba (miris na plesan, neprijatan miris na kvasac, stran miris).

5. Ukus kore i sredine

Ocena

5 odličan	Ukus veoma izražen, prijatan, svojstven vrsti hleba, topivost kore i sredine odlični (kora nije tvrda i žilava, a sredina se ne lepi i ne mrvi).
4 vrlo dobar	Ukus izražen, prijatan, svojstven vrsti hleba, topivost kore i sredine vrlo dobra (kora malo tvrda, a sredina se ne lepi i ne mrvi).
3 dobar	Ukus slabo izražen, svojstven vrsti hleba, topivost kore i sredine dobra (kora malo žilava ili tvrda, a sredina se malo lepi ili malo mrvi).

- 2 zadovoljava Ukus nedovoljno izražen, svojstven vrsti hleba, malo neslan ili malo preslan, topivost kore i sredine zadovoljava (kora žilava ili pretvrda, a sredina se lepi ili mrvi).
- 1 ne zadovoljava Ukus nesvojstven vrsti hleba (veoma kiseo, preslan, gorak, bljutav, miris na plesan, stran miris), topivost kore i sredine nezadovoljavajući (kora suviše tvrda ili žilava, a sredina se veoma lepi ili mrvi).

Ako hleb prilikom ocenjivanja određivanja kvaliteta ima izražene mane, odnosno dobije ocenu 1 (ne zadovoljava) po bilo kom svojstvu kvaliteta, ne uzima se u obračun prilikom bodovanja (ne boduje se).

Određivanje elastičnosti sredine hleba

Elastičnost sredine hleba utvrđuje se na taj način što se posle presecanja hleba i merenja njegove visine, pritiska dlanom u trajanju 5 s. Posle relaksacije sredine hleba (10 s) ponovo se meri visina hleba i odredi razlika u visini (h).

III. TESTENINE

1. Organoleptička ocena testenine

Određivanje (ocene) kvaliteta testenine vrši se na osnovu kriterijuma koji obuhvataju osobine i izgled nekuvanog i kuvanog proizvoda. Za to ocenjivanje koristi se odmereni uzorak mase 100 g.

Organoleptička ocena nekuvane testenine

Kod nekuvane testenine ocenjuju se: spoljni oblik, izgled i elastičnost.

Pod spoljnim oblikom podrazumeva se ujednačenost uzorka prema dužini, širini i debljini. Neujednačena, deformisana i spleljena testenina smatraju se proizvodima sa greškom.

Pod izgledom testenine podrazumevaju se boja, površinska glatkoća, prozirnost i sjaj. Greške u izgledu testenine su:

- veći broj belih i tamnih pega;
- hrapava površina bez sjaja;
- neujednačena boja;
- mramorirana i ispućana testenina.

Testenina bez jajaja je bledosivkaste do zagasite boje, zavisno od tipa brašna. Boja testenine sa jajajima je svetložuta.

Pod elastičnošću testenine podrazumeva se ponašanje prilikom lomljenja i izgled preloma. Površine nastale prilikom lomljenja moraju biti iste i staklastog izgleda. Greške elastičnosti testenine su:

- slaba savitljivost duge i motane testenine;
- nedovoljna čvrstoća kratke i sitne testenine;
- neravna i brašnjava površina preloma.

Organoleptička ocena kuvane testenine

Pripremanje uzorka za ispitivanje

Odmereni uzorak od 100 g stavi se u litar ključale vode u koju je dodato 5 g kuhinjske soli. Pri stavljanju testenine u posudu, ključanje vode postepeno prestaje. Kad voda ponovo proključa, testo se kuva određeno vreme na temperaturi na kojoj umereno ključa.

Ključanje se prekida pre nastanka farinoznog brašnenog sloja, tako da se posuda sa uzorkom ukloni sa grejnog tela i pokrije platnenom krpom, preko koje se stavi poklopac. Testenina ostaje u pari do nestanka brašnog sloja, što se utvrđuje pritiskanjem komada testenine između dve staklene ploče.

Određivanje (ocena) mirisa, ukusa i lepljivosti kuvane testenine

Pripremljeni kuvani uzorak testenine ispere se mlakom vodom i ocedi. Posle toga pristupa se oceni mirisa i ukusa.

Pod svojstvom "miris kuvane testenine" podrazumeva se svojstveni miris pravilno proizvedene testenine.

Kiseo miris testenine i svaki strani miris koji nije svojstven kuvanoj testenini svrstavaju se u greške u mirisu.

Miris na plesan i slično ukazuje na ukvarenu testeninu.

Pod ukusom kuvane testenine podrazumeva se svojstveni ukus pravilno proizvedene testenine. Nedovoljna aromatičnost i ukus koji nije svojstven kuvanoj testenini smatraju se greškama. Ukus na plesan, kiselost i slično ukazuje na ukvarenu testeninu pripremljenu od neodgovarajućih sirovina ili nepropisno uskladištenu testeninu.

Pod pojmom "lepljivost kuvane testenine" podrazumeva se površinska lepljivost testenine i međusobno slepljivanje.

Lepljivost testenine je odraz slabog kvaliteta sirovine (brašna ili krupice - griza), neodgovarajućih postupaka sušenja ili nepravilnog odnosa sirovina pri zamesivanju.

Prilikom ocene površinske lepljivosti, testenina se ocenjuje i u toplom i u hladnom stanju. Pravilno proizvedena testenina ne sme da se lepi ni 10 min posle ispiranja i ceđenja.

2. Određivanje procenta raskuvavanja testenine

Pripremljen kuvani uzorak testenine ocedi se i ispere sa 500 ml mlake vode (oko 35 °S) i procedi u trajanju od 2 min.

Voda od kuvanja i ispiranja (voda od ceđenja) sakupi se u jednu posudu i izmeri. Od dobro izmešane (homogenizovane) vode od ceđenja odmeri se pipetom 100 ml i prenese u čašu zapremine 150 ili 200 ml, ispari do suva, a ostatak suši 90 min na temperaturi 130 °S. Suvi ostatak se preračuna na ukupnu količinu vode od ceđenja, a zatim na sadržaj suve materije u uzorku testenine.

Izračunavanje

Uzimajući u obzir korekciju suvog ostatka za dodatu so, rezultat se izražava kao procenat raskuvavanja i izračunava po sledećoj formuli:

$$[C \cdot (So - K)] / (100 - V)$$

gde je:

C - voda od ceđenja, u mililitrima;

So - suvi ostatak u 100 ml vode od ceđenja u gramima;

K - korekcija za kuhinjsku so, u gramima:

(K = [(4,7 · 100)/voda od ceđenja] na bazi 6% vode u soli);

V - vlaga testenine.

3. Određivanje povećanja zapremine testenine pri kuvanju

U graduirani cilindar zapremine 1000 ml nalije se vode do 500 ml. Zatim se 100 g nekuvane testenine saspe u cilindar i pročitava nivo vode. Povišenje nivoa vode označava zapreminu 100 g testenine. Ponovo se odmeri 100 g testenine i kuva po opisanom postupku pripremanja uzorka za ispitivanje u metodi Organoleptička ocena kuvane testenine. Na isti način određuje se zapremina kuvane testenine.

Koeficijent povećanja volumena (X) izračunava se po formuli:

$$X = V/A$$

gde je:

A - zapremina nekuvane testenine, u mililitrima;

V - zapremina kuvane testenine, u mililitrima.

4. Dokazivanje veštačke boje

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) epruveta;
- 2) cilindar sa staklenim čepom, zapremine 25 ml;
- 3) levak prečnika 50 mm;
- 4) laboratorijska čaša zapremine 25 ml;
- 5) graduisana pipeta, zapremine 20 ml;
- 6) graduisana pipeta, zapremine 1 ml.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) dietil-etar;
- 2) 70%-ni etanol.

Pripremanje uzorka

Uzorak testenine samelje se tako da prolazi kroz sito sa 400 otvora na 1 cm², promeša se i stavi u bocu koja se može dobro zatvoriti.

Postupak

Odmeri se po 10 g vrlo sitno izmlevenog uzorka. U jednu epruvetu stavi se 15 ml dietil-etra, a u drugu 15 ml 70%-nog etanola. Obe epruvete se zatvore, dobro promućkaju i ostave do sledećeg dana da miruju. Zastupljenost veštačkih boja ocenjuje se na sledeći način:

1) ako je dietil-etar ostao bezbojan ili slabo obojen, a etanol se jasno obojio žutom bojom, može se smatrati dokazanim da je testenina veštački obojena;

2) ako su obojeni i etanol i dietil-etar, može se smatrati da testenina sadrži ili samo jaja ili jaja i jednu od boja koje se rastvaraju u dietil-etru. U tom slučaju postupa se na sledeći način:

a) u jednom delu dietil-etarskog rastvora vrši se reakcija na lutein s kalijum-nitratom (videti dokazivanja luteina). Ako se dodatkom reagensa žuta boja ne izgubi, može se smatrati dokazanim da je testenina bila obojena;

b) upoređuje se boja u obe epruvete. Ako je talog u epruveti sa etanolom bezbojan, a talog u epruveti sa dietil-etrom nije, onda je to dokaz da testenina, osim jaja, sadrži i veštačke boje.

Dokazivanje luteina

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) epruveta;
- 2) cilindar sa staklenim čepom, zapremine 25 ml;
- 3) graduisana pipeta, zapremine 1 ml.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) dietil-etar;

2) razređeni vodeni rastvor kalijum-nitrata (2 do 3%-ni), sa nekoliko kapi sirćetne kiseline, koji se priprema neposredno pre ispitivanja.

Postupak

Odmeri se 10 g sitno izmlevenog uzorka i promućka u epruveti sa 15 ml dietil-etra. Ostavi se zatvoreno nekoliko sati, uz povremeno mućkanje. Ako je dietil-etar ostao bezbojan, testenina nije pripremljena sa jajima. Ako se dietil-etar jasno oboji žutom bojom, odlije se u drugu epruvetu, doda nekoliko kapi rastvora kalijum-nitrata i sirćetne kiseline. Žuta boja odmah nestaje ako potiče samo od jaja.

5. Određivanje količine vode

Postupak određivanja količine vode identičan je određivanju količine vode u mlinskim proizvodima, samo što je neophodno pripremiti uzorak tako što se testenina usitni da bi mogla proći kroz sito veličine otvora 0,250 mm. Pri određivanju vode nije potrebno sušenje. Izračunavanje je istovetno kao kod mlinskih proizvoda.

6. Određivanje stepena kiselosti

Pribor

Koristi se sledeći pribor:

- 1) ručni mlin;
- 2) sito s otvorima do 150 mikrometara (sito 10 hhh);
- 3) laboratorijska čaša zapremine 100 do 150 ml;
- 4) konusna tikvica (erlenmajer) zapremine 100 ml;
- 5) pipete zapremine 25 ml i 50 ml;
- 6) naborani filtrir-papir.

Reagensi

Kao reagensi se koriste:

- 1) 65%-ni etanol, neutralizovan fenolftaleinom;
- 2) rastvor natrijum-hidroksida c (NaOH) = 0,1 mol/l;
- 3) 1%-ni neutralni etanolski rastvor fenolftaleina.

Postupak

Odmeri se dva puta po 10 g testenine, prethodno tako usitnjene da bez ostatka prolazi kroz sito veličine otvora 150 mikrometara. Tako samleveno mlivo sipa se u laboratorijsku čašu i doda se 50 ml rastvora etanola. Energično se mućka u toku 10 min (po mogućnosti na magnetnoj mešalici) i, neposredno posle toga, filtrira kroz naborani filtrir-papir u konusnu tikvicu. Kako je u pitanju alkoholni rastvor, potrebno je držati neprestano pokrivene, kako čašu za vreme mućkanja tako i levak sa konusnom tikvicom za vreme filtriranja. Prve količine filtrata se ponovo vrata u čašu, jer one služe samo za ispiranje filtrir-papira. Od čistog filtrata otpipetira se 25 ml i titrira uz alkoholni rastvor fenolftaleina rastvorom natrijum-hidroksida do pojave ružičaste boje, čija stabilnost traje najmanje 1 min.

Izračunavanje

Kiselost se izražava kao "kiselinski stepen", koji označava broj mililitara 1 mol (NaOH)/l potrebnih za neutralizaciju slobodnih masnih kiselina u 10 g testenine, i izračunava se po sledećoj formuli:

$$\text{kiselinski stepen} = a \cdot 2$$

gde je:

a - broj mililitara 0,1 (NaOH)/l utrošen za neutralizaciju.

7. Određivanje količine lipida

Princip

Princip se zasniva na određivanju količine ukupnih lipida.

Pribor

Upotrebljava se sledeći pribor:

- 1) vodeno kupatilo;
- 2) aparat za ekstrakciju po Soksletu ili Twisselmannu, zapremine 250 ml;
- 3) analitička vaga osetljivosti $\pm 0,1$ mg;
- 4) tikvica za jodni broj, zapremine 250 ml;
- 5) stakleni levak, prečnika 45 mm;
- 6) porculanski ili stakleni tarionik sa tučkom, prečnika 90 mm;
- 7) laboratorijski komplet sita, veličine otvora 0,250 mm, 0,150 mm i 0,105 mm;
- 8) eksikator;
- 9) ekstrakcione čahure, dimenzije 33 · 94 mm.

Reagensi i pomoćna sredstva

Kao reagensi se koriste:

- 1) benzol, r.a.*);
- 2) etil-alkohol, 96%-ni, r.a;
- 3) etar, r.a;
- 4) kvarcni pesak, prethodno sušen 2 h na temperaturi 105 °S;
- 5) filtrir-papri (Niderschlag 370), prečnika 9 mm;
- 6) sanitetska fina vata (obezmašćena);
- 7) rastvarač za ekstrakciju: smeša etil-alkohola i benzola u odnosu 1:1.

*) S obzirom na to da je benzol toksičan, mora se oprezno raditi.

Postupak

Odmeri se 10 g usitnjene testenine, sa tačnošću 0,001 g. Uzorak se prenese u tarionik, zatim sipa 10 do 12 g kvarcnog peska. Posle dobrog homogenizovanja tučkom (obratiti pažnju da se ne prave gubici), uzorak se kvantitativno prenese u čahuru za ekstrakciju, tarionik se najpre izbriše suvom obezmašćenom vatom, a zatim vatom natopljenom rastvaračem pripremljenim za ekstrakciju. Vata se takođe stavlja u ekstrakcionu čahuru.

Pripremljena ekstrakciona čahura s uzorkom postavlja se na svoje mesto u ekstraktor. Ukupna količina rastvarača sipa se kroz hladnjak ekstraktora u već pripremljenu Twisselmannovu aparaturu. Ako se ekstrakcija lipida obavlja Soksletovom metodom, rastvarač se sipa u već sastavljenu aparaturu, tako što se ekstraktor najpre napuni da jedna zapremina rastvarača presifonira, a zatim se rastvarač sipa do ruba cevi za sifoniranje (visina čahure pri radu sa Soksletovom aparaturom mora biti niža od ruba cevi za sifoniranje).

Za ekstrakciju lipida dovoljno je 60 do 80 ml smeše rastvarača.

Posle ekstrakcije (ekstrakcija po Soksletu traje 6 h, a po Twisselmannu 4 h) dobijeni ekstrakt se na vodenom kupatilu u digestoru isparava skoro do suva. Na tako otparen ekstrakt sipa se oko 25 ml etra radi metode razdvajanja materija (nerastvorljivih u etru) zatvorena tikvica se ostavi bar 1 h, etarski rastvor se filtrira kroz levak prečnika 45 mm s odgovarajućim filtrir-papirom koji je prethodno navlažen etrom. Filtrat se prihvata u prethodno osušenu i odmernu tikvicu za jodni broj. Tikvica se ispira etrom bar dva puta sa po 10 do 20 ml etra, a zatim se filtrir-papir dva puta ispere u levku.

U slučaju visoke spoljne temperature (leti), tikvica za jodni broj i levak pokriju se sahatnim staklom. Rastvarač iz filtrata otpari se na vodenom kupatilu u aparaturi po Soksletu.

Tikvica za jodni broj sa preostalim lipidima suši se 30 min na temperaturi 105 °S, hladi u eksikatoru i meri.

Ostatak posle sušenja predstavlja ukupne lipide.

Izračunavanje

Količina ukupnih lipida izražava se u procentima na suhu materiju i izračunava po sledećoj formuli:

$$\text{količina lipida} = (m_1/m_2) \cdot 100 \cdot (100/100-v)$$

gde je:

m_1 - masa lipida posle sušenja, u gramima;

m_0 - masa uzorka za ispitivanje, u gramima;

v - količina vode izražena u procentima u uzorku.

Ponovljivost

Razlika između rezultata dva određivanja izvršena paralelno ili ubrzo jedno za drugim u istoj laboratoriji ne sme biti veća od 5% relativne vrednosti.

Masa jaja, u gramima, koja je dodata testenini izračunava se po sledećoj formuli:

$$\frac{4000 (l_1 - 1,55)}{39,0 - l_1}$$

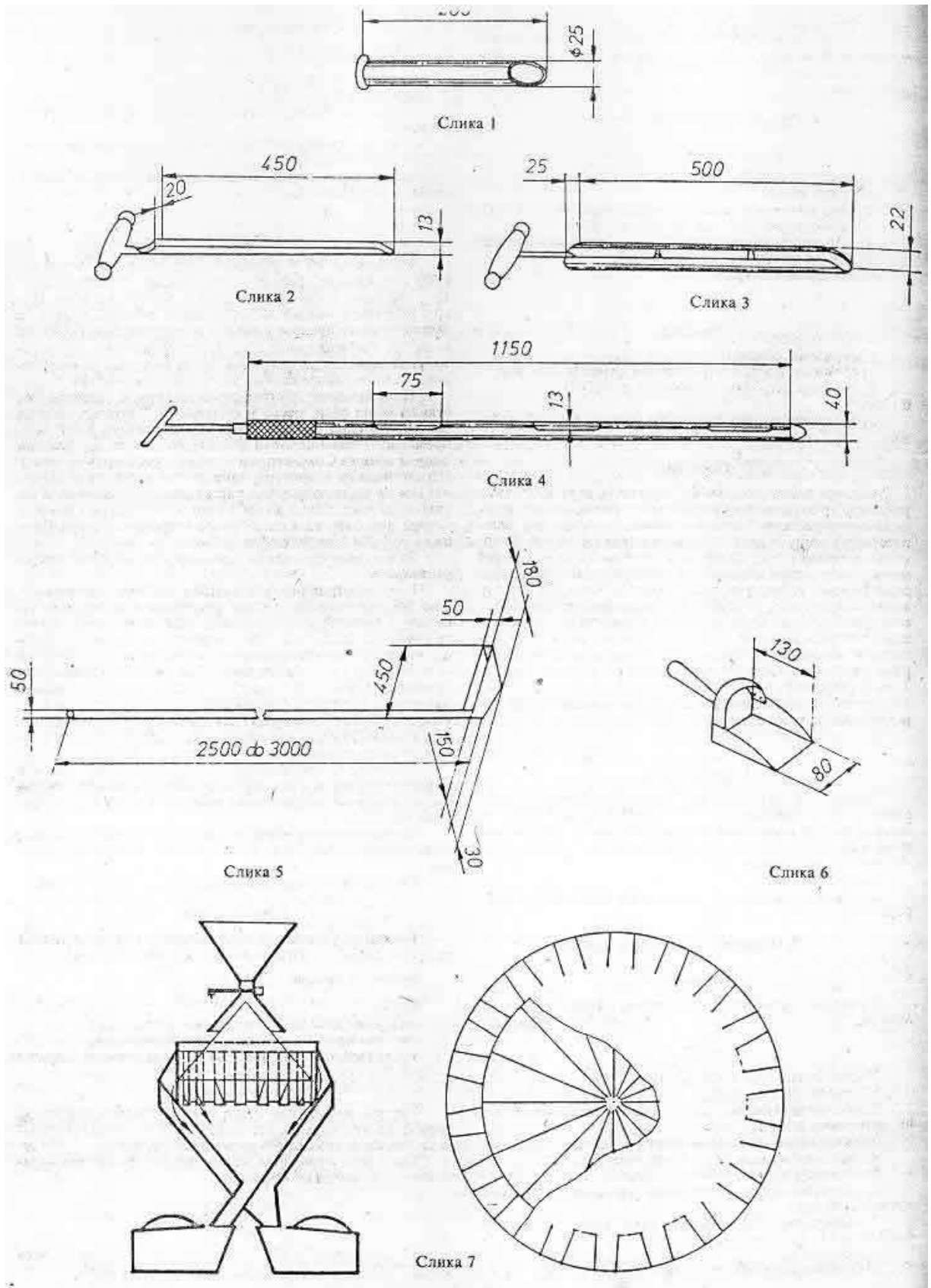
gde je:

4000 - faktor za preračunavanje suve materije melanža jaja u prahu u sveže jaje;

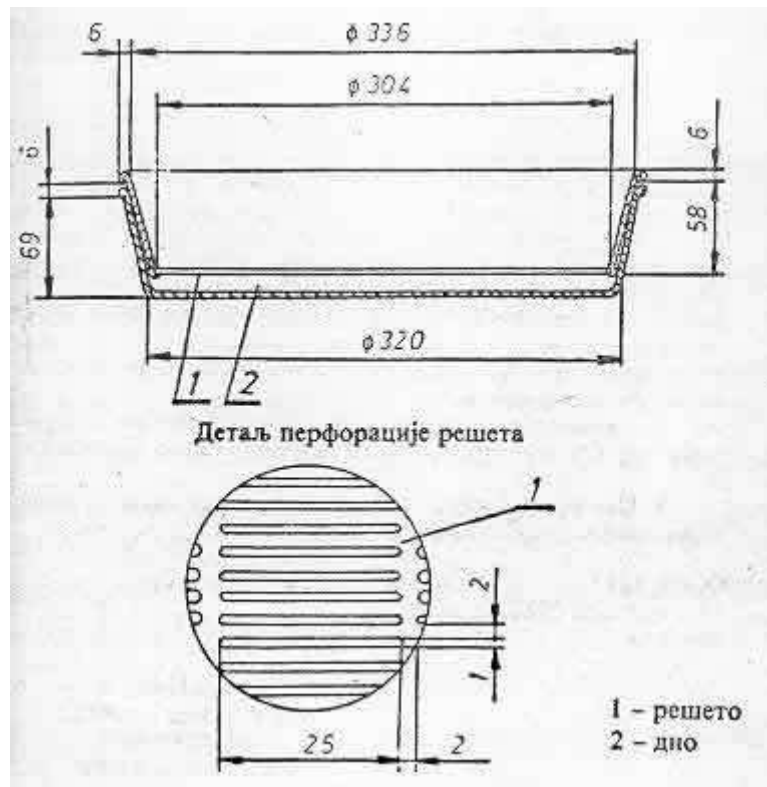
l_1 - količina dobijenih lipida u procentima u testenini;

1,55 - koeficijent (sadržaj lipida u brašnu);

39,0 - sadržaj lipida u melanžu jaja u prahu, u procentima.

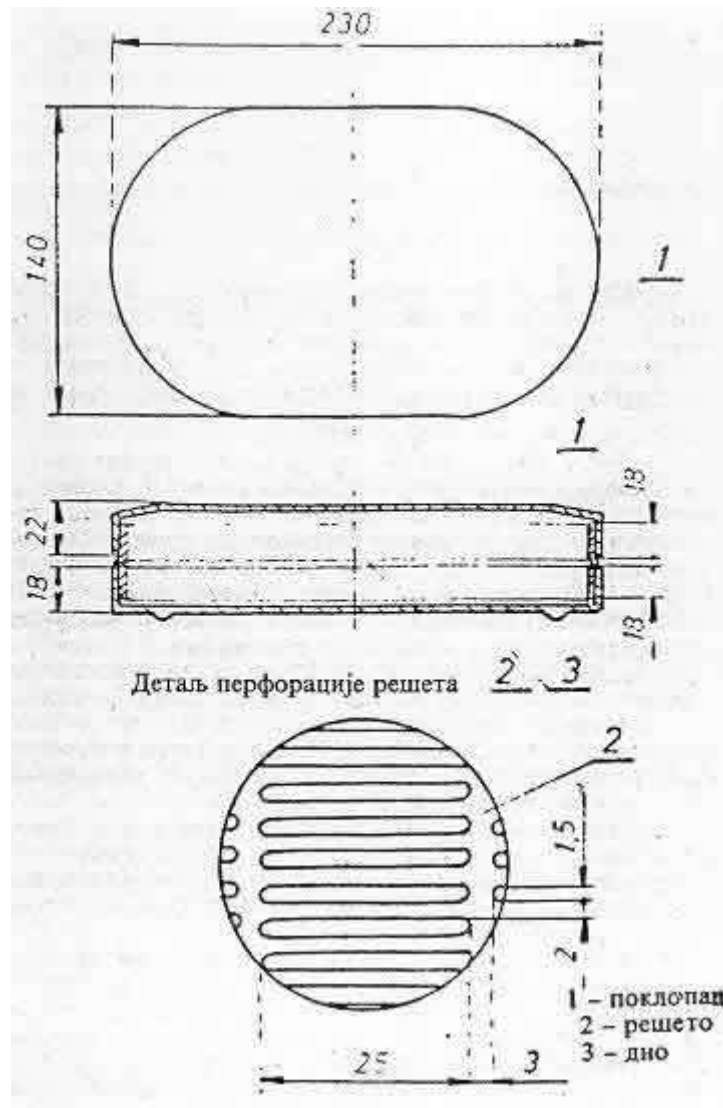


Мере u mm



Slika 8 - Rešeto za određivanje sadržaja nečistoće - oblik i dimenzije

Mere u mm



Slika 9 - Rešeto za određivanje sadržaja šturih i lomljenih zrna

IV. BRZO SMRZNUTA TESTA

1. Metoda pripremanja uzorka

Uzorak se delimično odmrzne, iseče na tanke kriške celom širinom (testo i nadev), zatim se homogenizuje i stavlja na ponovno zamrzavanje. Pripremljeni uzorak služi za hemijska i fizička ispitivanja, i to za: određivanje količine vlage, skroba, proteina, masti i šećera.

2. Određivanje količine vode

U prethodno osušenu i izmerenu posudu odmeri se 5 g pripremljenog uzorka i 16 h suši do konstantne mase na temperaturi 105 °C. Posle sušenja, posuda se stavlja u eksikator, hladi i meri sa tačnošću 0,001 g.

Izračunavanje

Količina vode izražava se u procentima mase i izračunava se po sledećoj formuli:

$$\text{količina vode (y \%)} = \frac{\text{razlika u masi}}{\text{odvađa uzorka}} \cdot 100$$

3. Određivanje količine sirovih proteina (makropostupak)

Za određivanje količine sirovih proteina primenjuje se ista metoda koja je predviđena za određivanje sirovih proteina u žitu i mlinskim proizvodima (makropostupak).

4. Određivanje količine masti, po Weibull-Stoldtu

Za određivanje sirovih masti primenjuje se ista metoda koja je predviđena za određivanje sirovih masti u žitu i mlinskim proizvodima (po Weibull-Stoldtu).

5. Određivanje količine ukupnih šećera, po Luff-Schoorlu

Za određivanje šećera primenjuje se ista metoda koja je predviđena za određivanje ukupnih šećera u pekarskim proizvodima (po Luff-Schoorlu).

6. Određivanje količine laktoze

Za određivanje količine laktoze primenjuje se ista metoda koja je predviđena za određivanje laktoze u pekarskim proizvodima.