

Državni zakonik

za

kraljevine in dežele, zastopane v državnem zboru.

Kos XLVI. — Izdan in razposlan dne 16. maja 1902.

Vsebina: Št. 102. Razpis, s katerim se razglasaajo nova navodila, in sicer I. za določitev vsebine trstnega cukra v cukrovitem blagu po analitiškem potu, II. za preskušnjo čokolade gledé vsebine kakaa in III. za določitev vsebine neizpremenjenega alkohola v dišavah, esencah i. e.

102.

Razpis finančnega ministrstva z dne 5. maja 1902. l.,

s katerim se razglasaajo nova navodila, in sicer I. za določitev vsebine trstnega cukra v cukrovitem blagu po analitiškem potu, II. za preskušnjo čokolade gledé vsebine kakaa in III. za določitev vsebine neizpremenjenega alkohola v dišavah, esencah i. e.

V porazumu s kralj. ogrskim finančnim ministrstvom se z ozirom na določila §. 1 razpisa

finančnega ministrstva z dne 20. julija 1899. l. (drž. zak. št. 126) razglasaajo nastopna navodila za določitev vsebine trstnega cukra v cukrovitem blagu po analitiškem potu, za preskušnjo čokolade gledé vsebine kakaa in za določitev vsebine neizpremenjenega alkohola v dišavah, esencah i. e.

V prilogi k poprej omenjenemu razpisu finančnega ministrstva razglasaeno navodilo za določitev vsebine trstnega cukra v cukrovitem blagu se razveljavlja.

Določila tega razpisa stopijo v moč z dnem razglasitve.

Böhm s. r.

I.

Navodilo

za

določitev vsebine trstnega cukra v cukrovitem blagu po analitiškem potu.

(Po načrtu uradnika na c. kr. kmetijsko-kemijskem poskuševališču na Dunaju drja. Franca Freyerja.)

A. Preiskava cukrčkov, bombonov, sadnih sirupov, čokolade, kandiranega sadja, kompotov, marmelad itd.

* Tek analize je v prvi vrsti odvisen od tega, ali se poskušnja, ki jo je preiskati, v vodi popolnoma (ali vsaj približno popolnoma) raztopi ali ne. Z vedenjem v tej smeri se izpreminja tudi pot, ki jo je izbrati za preskušnjo.

I. Poskušnja se raztopi v vodi popolnoma ali vsaj približno popolnoma.

Najprej se začne, in to ne samo pri cukrčkih, temveč pri poskusih vsake vrste:

preskušati, koliko je skrobnege cukra ali dekstrina.

26.048 g kolikor moči dobro razdrobljene in premešane poskušnje se raztopi v betici s 100 cm³ v destilovani vodi in raztopini se, ako treba, pri-meša nekaj kapljic svinčenega octa, da se sčisti. Potem se dopolni do znamke, dobro pretrese in končno precedi skozi suh cedilnik (raztopina A).

Raztopina (filtrat) se polarizuje v cevi z 200 mm („neposredna polarizacija“).

Po tem se 50 cm³ te raztopine v betici s 100 cm³ zmeša s 25 cm³ vode in 5 cm³ solne kisline specifične teže 1.19, betica se postavi na kakih 70° C. razgreto vodno kopelj, se v 2 do 3 minutah razgreje na 67° do 70° C. in se 5 minut obdrži na tej temperaturi. Za kontrolo te temperature se dene toplomer v betico, ki jo je med razgrevanjem ponovno obrniti. Ko se je obrnila, se mora naglo ohladiti na 20° C., oblijava toplomer napolniti do znamke (raztopina B) in tekočino polarizovati v cevi z 200 mm. Dobljeno število se pomnoži z 2. Ako znaša obrat na levo 100° „neposredne polarizacije“ (glej zgoraj) 28 ali manj stopinj, tedaj je šteti, da je nekaj skrobnege cukra ali dekstrina. Jako temno barvanim tekočinam se mora pred polarizacijo z 2 do 3 g s solno kislino izmitega krvnega oglja odvzeti barva. Koliko cukra more oglje potegniti nase, je poprej ovedeti s pomočjo enake množine oglja in razvidno število je porabiti za popravek ob polarizacijah, izvršenih z uporabo krvnega oglja.

Zopet sta možna dva primera:

a) Ne najde se niti skrobni cukrer niti dekstrin.

Preskuša se s Soldainijevo ali Fehlingovo raztopino, ali je kaj invertnega cukra.

- a*₁) Spomina vredne množine invertnega cukra se ne morejo dokazati. V tem primeru pokaže neposredna polarizacija v odstotkih vsebino trstnega cukra v poskušnjah.
- a*₂) Invertni cuker je navzoč. Meri se 50 cm³ po inverziji s solno kislino narejene raztopine *B* (glej spredaj) ustrezno 6·512 g snovi v literskem betu, se napolni do znamke in se dene 25 cm³ te tekočine (ustrezno 0·1628 g snovi) v Erlenmeyerjevo kuhhalno steklenico. Da se nevtralizuje nahajajoča se prosta kislina, se primeša 25 cm³ raztopine ogljikovokislega natrona, ki obsega 1·4 g brezvodnega ogljikovokislega natrona v 1 l, se pridane 50 cm³ Fehlingove raztopine, se razgreje, da zavre, in se pušča tekočina natančno 3 minute vreti. Tekočina naj se kolikor moči brzo razgreje z dobrim troplamnikom in naj traja uporabljaje žičasto mrežo s čez položeno izrezano azbestno lepenko 3½ do 4 minute. Čim tekočina močno vre, je troplamnik zameniti z enoplamnikom. Po vrenju se vlije v bet, ki se takoj odstrani od plamena, 100 cm³ mrzle, brezračne destilovane vode in betova vsebina se s sesalno pripravo, ki dobro vleče, takoj precedi skozi tehtano Allihnovo azbestno precejalno cev. Azbest se poprej pomoči z nekoliko vode. Ko je tekočina odtekla, se dene usedlina namenu primerno z mrzlo vodo s pomočjo peresne kosmače na cedilnik in se izpere s 100 do 150 cm³ vrelo vroče vode šele, ko se je usedlina povsem poplahnila v azbestno cevko. Med precejanjem in izpiranjem je dobro nastaviti na rahlo lijak s kratkim vratom na azbestno cevko in precejaje ves čas paziti na to, da tekočina v azbestni cevki nikdar povsem ne odteče. Ko je izmivanje dovršeno, se pokrije še s prilično 20 cm³ alkohola in prilično 20 cm³ hlipa in se postavi cevka nekaj minut v sušilno omaro. Čim se je posušila, se dene z zamaškom in kavčukovo cevjo na izpiralno steklenico aparata za razvoj vodika, napolnjeno z žvepleno kislino in chromovo kislino, in bakreni oksidul se reducira s počasnim razgrevanjem v vodikovem toku. Čez malo minut je redukcija izvršena, in pusti se v vodikovem toku ohladiti. Ohlajena cev se dene v sušilnik in se tehta čez četrt ure.

Iz teže bakra se preračuni vsebina trstnega cukra neposredno v odstotkih po tabeli I, priloženi temu navodilu.

Tabela I.

Določitev cukra pa je le tedaj pravilna, ako je filtrat od izločenega bakra še vidno višnjevo barvan. Ako to ni, se mora določitev ponoviti, in sicer s primerno manjšo raztopino cukra, torej z 20 cm³ ali 15 cm³ na 1 l spravljenega raztopine *B*. Potem je za nevtralizacijo porabiti tudi samo 20 cm³, oziroma 15 cm³ predpisane ogljikovokislega natronove raztopine. Razen tega je še vsekakor dodati poleg 50 cm³ Fehlingove raztopine 10 cm³, oziroma 20 cm³ destilovane vode, v ostalem pa ravnati, kakor je gori omenjeno. Vsebina trstnega cukra se mora nadalje v teh okolnostih preračunati ne po tabeli I, temveč po tabeli II, pridejani temu navodilu.

Tabela II.

Zgled: Recimo, da se je porabilo 20 cm³ raztopine in da je stehtana množina bakra znašala 220 mg; teh 220 mg bakra odgovarja po tabeli II 112·2 mg trstnega cukra; ker odgovarja torej 20 cm³ poskusne tekočine

$$0·13024 \text{ g} = \frac{20 \times 0·1628}{25} \text{ poskušnje,}$$

znaša vsebina trstnega cukra:

$$\frac{0·1122 \times 100}{0·13024} = 86·1\%$$

- b*) Nahaja se skrobni cuker ali dekstrin.

Preskuša se s Soldainijevo ali Fehlingovo raztopino, ali je kaj reducirajočih snovi.

- b*₁) Spomina vredne redukcije ni. V tem primeru se nahaja samo dekstrin, pa niti skrobni cuker niti invertni cuker, in vsebina trstnega cukra se po opravljeni inverziji določi kakor pod I *a*₂.
- b*₂) Zgodi se redukcija. Po tem se nahaja skrobni cuker sam ali poleg invertnega cukra in določitev v poskušnji se nahajajočega „skupnega trstnega cukra“, pod katerim se mora s finančnotehniškega stališča umeti vsota „neizpremenjenega

trstnega cukra“ in „invertnega cukra“, je za sedaj po navadi neizvršljiva. ¹⁾

¹⁾ Samo ako je pri rokah poskušnja za narejo dotičnega blaga uporabljenega skrobnega cukra ali sirupa skrobnega cukra, se lahko njegova množina in pa množina vsega trstnega cukra približno ove tako-le: Pripravi se 100odstotna raztopina skrobnega cukra in se določi polarizacija ter vsebina „reducirajočega cukra“, to s kuhanjem z Fehlingovo raztopino. Tehtani baker pa se ne preračuni za dekstrozo, temveč uporablja znano Meiβlovo tabelo za invertni cukrer. Polarizacija in vsebina cukra se nanašata na 100 g snovi in z deljenjem se najde 1 g reducirajočega cukra ustrezni nagibanje na desno (ki prihaja od dekstrina + dekstroze); oznameni se *s p*. V, po skušnji blaga, ki jo je preskusiti, se določi torej po inverziji s solno kislino tudi polarizacija (natančno ob 20° C.) in ves cukrer (kakor invertni cukrer) in preračuni oboje na na 100 g snovi.

Recimo, da je *a* najdena množina reducirajočega cukra v 100 g snovi preračunjena za invertni cukrer.

x . . . množina v 100 g se nahajajočega invertnega cukra;

y . . . množina v 100 g se nahajajoče dekstroze (določene kakor invertni cukrer);

P . . . polarizacija 100odstotne raztopine;

p . . . v preiskanem skrobnem cukru 1 g reducirajočega cukra ustrezajoča polarizacija.

— 1·16 nagibanje 1 g invertnega cukra v 200 mmski cevi, tedaj je $x + y = a$,

— $1·16 x + p y = P$.

Za *x* najdena številka daje, pomnožena z 0·95, vsebino trstnega cukra, *y* množino reducirajočega cukra iz skrobnega cukra, iz katerega se kaže tudi njegova množina sama.

Zgled: Sirup skrobnega cukra je kazal v 100odstotni raztopini nagibanje na desno za + 66·6° V. Vsebinar educirajočega cukra je znašala preračunjena za invertni cukrer 41·92 odstotkov.

$$p . . . \text{ je torej } = \frac{66·6·0}{41·92} = + 15·9° V.$$

S tem sirupom skrobnega cukra narejeno cukrovno blago je obrnilo v 100odstotni raztopini po inverziji — 1·2° V. torej

$$P . . . = - 12·0.$$

V invertirani tekočini določena in za invertni cukrer preračunjena vsebina cukra je znašala 70·52 odstotkov.

$$x + y = 70·52$$

$$- 1·16 x + 15·9 y = - 12·0$$

iz teh

$$x = 66·43 = 66·43 · 0·95 = 61·1 \text{ trstnega cukra,}$$

$$y = 4·09 = \frac{4·09·100}{41·92} = 9·8 \text{ odstotkov sirupa}$$

skrobnega cukra.

Ker je nagibanje invertirane tekočine večinoma jako majhno, so viri pogreškov prav znatni, vsled česar daje metoda samo približno pravilne rezultate. V okolnostih lahko služi za spoznanje tudi tedaj, ako ni porabljenega skrobnega cukra. Za *p* se potem lahko po izkušnji vzame poprečna vrednost 17·0.

Ako bi bilo v posebnih primerih potrebno določiti še „neizpremenjeni (to se pravi, ne invertirani) trstni cukrer“ v kaki skrobni cukrer vsebujoči poskušnji, je ravnati tako-le:

V dva litrska beta se dene na eni strani 25 cm³ ne invertirane raztopine *A* (gl. zgoraj), na drugi strani 50 cm³ invertirane raztopine *B* in se določi v obeh primerih v 25 cm³ vsebina cukra (po tabeli I preračunjena za trstni cukrer) po metodi, navedeni pod *a*₂. Razlika obeh določitvev daje odstotno vsebino „neizpremenjenega trstnega cukra“. Redukcija pri prvi določitvi lahko izhaja od skrobnega cukra ali od njega in invertnega cukra; tako najdena množina cukra se napoveduje za „reducirajoči cukrer (dekstroza skrobnega cukra + invertni cukrer)“.

II. Poskušnja se v vodi ne raztopi popolnoma, temveč ostane znaten ostanek.

Tukaj je razločevati tri primere:

1. Marmelade, kandirano, v cukrer vloženo in vkuhano ter gorčično sadje.

Večja množina poskušnje, najboljše vsebina cele čaše se v prostorni porcelanasti skledici za mešanje, ako treba s pomočjo noža in vilic razdeli na majhne kose, peške se ločeno stolčejo in se potem zopet pridenejo glavni masi, in to tako dolgo, da se vse izpremeni v enakomerno fino kašo. Pri parjenem sadju itd. se loči tekoči del od sadja, se ravna ž njim, kakor je omenjeno, in se končno zopet prilije tekočina. Jako pripraven za drobljenje in mešanje je takozvani stroj za sekanje mesa, čigar raba se najboljše priporoča. Od te kaše se tehta dvakrat $\frac{5}{4}$ kratna normalna teža = 32·56 g, se poplahne ena poskušnja z vodo v betu z 250 cm³, druga v betu s 500 cm³, se množina tekočine spravi z dolivanjem vode na dve tretjini stekleničine vsebine in se pušča stati $\frac{1}{2}$ ure, pogosto jo pretresaje. Potem se pridene 5 cm³ svinčnega octa, se napolni do znamke in se precedi, ko se je močno pretreslo. Pena, ki se morda naredi in ki bi mogla zabraniti, da bi se natančno čitalo in s tem vpostavilo pri znamki, se odstrani s par kapljicami alkohola. Z raztopinama, od katerih obsega ena polovico, druga četrtino normalne teže snovi v 100 cm³, se ravna dalje po predpisu, povedanem v naslednjem odstavku (2).

2. Drugo cukrovito blago, ki se v vodi ne dá raztopiti brez ostankov (razen čokolade).

Poskušnja se v skledici za mešanje kolikor moči fino razmane, dvakrat se stehta $\frac{5}{4}$ kratna

normalna teža = 32.56 g, ena polovica se polije z vodo prilično 30° v merskem betu z 250 cm³, druga polovica v betu s 500 cm³ in pušča stati 1 uro, pogosto jo pretresaje. Po tem se pridene nekaj svinčenega octa, se dopolni do znamke in se precedi. Tukaj kakor v spredaj stoječem primeru sta se dobili dve raztopini, kojih vsaka obsega isto težo snovi v različno velikih prostorninskih delih tekočine. Prilika je torej preračunati iz polarizacije prostornino neraztopnega, na katerega se je ozirati za natančno določitev cukra.

Ovedba „prostornine neraztopnega“. Obe raztopini se polarizujeta.

Ako je a polarizacija v betu z 250 cm³, b polarizacija v betu s 500 cm³ in x prostornina neraztopnega dela z usedlino svinčenega octa vred, tedaj je $a [100 - x] = b [200 - x]$ iz tega

$$x = \frac{100(a - 2b)}{a - b}.$$

Ob naslednjih preračunih se je treba ozirati na to, da prvotna raztopina polovične normalne teže ne obsega v 100 cm³, oziroma 200 cm³, temveč v 100 - x , oziroma 200 - x cm³ tekočine.

Preskušnja gledé skrobnega cukra in dekstrina.

Za nadaljnjo preiskavo se uporablja samo koncentrirana raztopina, torej vsebina beta z 250 cm³, in ravna se natančno po predpisu, navedenem pod A I, z razliko, da se odmerjenim 50 cm³, predno se primeša solna kislina, prideneta 2 cm³ nasičene raztopine natriumsulfata. Po inverziji se precedi in napolni do znamke.

a) Skrobnega cukra ali dekstrina ni. Preskuša se s Soldainijevo ali Fehlingovo raztopino gledé invertnega cukra.

a₁) Spomina vrednih množin invertnega cukra ni, potem je vsebina trstnega cukra enaka $\frac{2a(100 - x)}{100}$, kjer pomenja a polarizacijo raztopine iz 13.024 g na 100 cm³ in x preračunjeno prostornino neraztopne usedline.

a₂) Invertni cukrer je navzoč. Meri se 50 cm³ zgoraj omenjene po I narejene in s solno kislino invertirane raztopine v 1/2 litrski bet, se napolni do znamke in se v 25 cm³ določi cukrer s kuhanjem s Fehlingovo raztopino, natančno tako, kakor je bilo popisano ob preiskavi brez ostanka raztopnega cukrastega blaga (pod I, a₂).

V tabeli prečitano vsebino trstnega cukra je v popravo neraztopnega ostanka pomnožiti s $\frac{100 - x}{100}$.

b) Skrobni cukrer ali dekstrin je navzoč. V tem primeru velja to, kar se je povedalo pod I, b).

3. Čokolada.*) Ker obsega čokolada samo v izjemnih primerih invertni cukrer ali dekstrin, in vsebina masti ter večja množina neraztopnih snovi zahteva nekoliko drugačno ravnanje ob napravi raztopine, naj se tukaj ločeno obravnava. Čokolado vsebujoče blago, cukrčki itd. se preiskujejo po II 2.

Večja množina čokolade (prilično 100 g) se na strgači fino strga in dobro premeša. Po tem se pretehta dvakrat polovična normalna teža (13.024 g), prašek se porosi v kupici z alkoholom, ta masa se polije s 30—40 cm³ vroče vode in se četrte ure greje v vodi. Po tem se ena poskušnja poplahne v betico s 100 cm³, druga pa v betico z 200 cm³, primeša se 5 cm³ svinčenega octa in nekaj kapljic galunove raztopine in se napolni do znamke, ko se je povsem ohladilo. Na to se obe betici močno pretresata, precedita in filtrata polarizujeta. O tem, da ni invertnega cukra, skrobnega cukra in dekstrina se je lahko prepričati po ravnanju, navedenem v oddelku I, in vsebina trstnega cukra se preračuni iz obeh polarizacij po že omenjeni formuli $\frac{2a(100 - x)}{100}$. Ako bi bilo kaj invertnega cukra, bi se morala vsebina trstnega cukra kvantitativno ovedeti po II, a₂).

Od vsebine cukra, ovedene ob preiskavi marmelad, kandiranega, v cukrer vložnega in kuhanega sadja in pa gorčičnega sadja je odbiti 6 odstotkov, kakor ustrezno vsebini cukra, ki je bila prvotno v sadju, uporabljenem za kandiranje.

B. Preiskava cukrovitih tekočin (likêrjev).

Pri tekočih, cukrovitih izdelkih se vsebina cukra ne napoveduje v težnih odstotkih, temveč v „gramih za liter“, zaradi česar se dotične množine, namesto da bi se tehtale, merijo s pipeto ali z mersko betico, ko se je tekočina poprej spravila na normalno temperaturo 17.5° C.

Preskušnja gledé skrobnega cukra in dekstrina.

Brezbarvni likêrji se lahko polarizujejo neposredno, pri barvanih poskušnjah se 100 cm³ na vodi

*) Čokolado je gledé vsebine kakaa preskušati po navodilu II.

napari na polovico, poplahne v betico s 100 cm^3 in pomeša ali z nekoliko svinčenege octa in nekaterimi kapljicami galuna ali, ko se je napolnilo do znamke, z nekaj živalskim ogljem, da se jim odvzame barva. Eventualno se filtrat, ki se dobi po uporabi svinčenege octa, obravnava tudi še z živalskim ogljem in se še enkrat precedi. Ker se različne barvne snovi različno vedejo proti čistilnim in razbarvalnim sredstvom, se je najbolje prepričati z nekaterimi predposkusi z neodmerjenimi množinami poskušnje, katero ravnanje bi bilo namenu najprimernejše uporabiti. Pogosto se dá tekočina le, če se je zredčila z vodo, narediti tako prozorna, da se lahko polarizuje; v tem primeru se je ob preračunu rezultatov ozirati na to izredčenje. Preiskujé cucker-kulêr se polarizacija sploh ne more izvršiti in se je treba pri takih poskušnjah, ki obsegajo itak jako pogosto skrobni cucker, omejiti na to, da se pove, koliko je neizpremenjenega trstnega cukra, ki se najde iz razlik težnoanalitiških določitev cukra pred inverzijo in po inverziji. Od polarizovane tekočine se meri 50 cm^3 v betico s 100 cm^3 , se zmeša s 25 cm^3 vode in 5 cm^3 solne kisline specifične teže 1.19 , se invertuje tako, kakor je povedano pod I (stran 294) in se polarizuje v 200 mm -ski cevi pri 20° C . Dobljena polarizacija se podvoji in nanese na 100 delov neposrednje polarizacije. Ako znaša nagibanje na levo -28° ali manje na 100 delov neposredne polarizacije, tedaj je šteti, da je vmes skrobni cucker.

a) Skrobnega cukra ali dekstrina ni. Preskuša se s Soldainijevo ali Fehlingovo raztopino gledé invertnege cukra.

a₁) Spomina vrednih množin invertnege cukra ni. Potem je vsebina cukra enaka $\frac{a \cdot 26.048}{100}$, kjer pomenja a neposredno polarizacijo. Ako je bilo treba za opravo polarizacije razredčiti, je dobljeno število pomnožiti s primernim faktorjem.

a₂) Invertni cucker je vmes. 25 cm^3 invertovane raztopine (= 12.5 cm^3 prvotne tekočine) se razredči po pričakovani vsebini cukra na 500 ali 1000 cm^3 in se določi vsebina trstnega cukra v 25 cm^3 s kuhanjem s Fehlingovo raztopino po I, a₂, uporablja je tabelo II.

b) Skrobni cucker ali dekstrin je vmes. Ravna se po A I b. Ako bi bilo želeti, da se v spoznanje določi še trstni cucker, ki je neizpremenjen vmes, se dene v dva 1 litrska beta na eni strani 25 cm^3 prvotne, na drugi strani 50 cm^3 invertovane tekočine in določi pri obeh raztopinah vsebina cukra v 25 cm^3 kuhaje s Fehlingovo raztopino. Razlika obeh določitev podaje vsebino neizpremenjenega trstnega cukra.

C. Preiskava kondenziranega mleka.

Podstava metode.

Kondenzirano mleko ima poleg trstnega cukra (R) tudi obilne množine mlečnega cukra (M), ki se mora ovedeti najprej v kaki poskušnji iz svoje redukcijske sposobnosti proti Fehlingovi raztopini. Na to se invertuje druga poskušnja s citronsko kislino, ki se loti samo trstnega cukra, ne pa mlečnega cukra, se določi v invertovani tekočini „skupni cucker“ (G) in dobi iz razlike $G - M = R$ iskano množino trstnega cukra.

Izvršitev analize.

5 g poskušnje se raztopi v prilično 200 cm^3 vode, se zmeša s 10 cm^3 bakrenosulfatne raztopine (št. 1 Fehlingove raztopine) in s toliko natronovega luga, da tekočina ravno še kislno reaguje. Potrebuje se prilično 6 cm^3 10odstotnega natronovega luga. Potem se napolni na 250 cm^3 in določi mlečni cucker v 25 cm^3 filtrata s tem, da se kuha 4 minute s 50 cm^3 Fehlingove raztopine in 75 cm^3 vode, in pa z redukcijo izločenega na azbestni cevki precejenege bakrovega oksidula. Tehtani baker se preračuni namesto na mlečni cucker po tabeli II na trstni cucker.

Nadaljnjih 50 cm^3 filtrata se kuha s 5 cm^3 10odstotne raztopine citronske kisline 10 minut. Ko se je ohladilo, se nevtralizuje, spravi na 100 cm^3 in določi skupni cucker v 25 cm^3 zopet tako, kakor je zgoraj povedano (kuha se 4 minute). Od tega prav tako za trstni cucker v odstotkih preračunjenega skupnega cukra je odbiti neposredno najdeno vsebino cukra. Razlika daje vsebino trstnega cukra.

D. Preiskava mil.

Na vodni kopeli se raztopi 16.28 g mila (ki ustreza eni četrtinki normalne teže za 250 cm^3) v prilično 100 cm^3 vode in vroča raztopina se mešaje pomeša z 10odstotno klorbarijevo raztopino v majhnem prebitku. Od tega se porabi 40 do 50 cm^3 in se točka popolne izločitve lahko spozna na tem, da se ob mešanju nehajo delati pene. Potem se dene tekočina z usedlino vred v merski bet z 250 cm^3 , se napolni do znamke, ko se ohladi, in primeša še 10 cm^3 vode v popravek za prostornino baritove usedline. Ko se je močno pretreslo, se precedi in čista tekočina polarizuje v 200 mm -ski cevi. Prečitana številka daje s 4 pomnožena odstotno vsebino trstnega cukra, če je vmes samo trstni cucker, ne pa niti dekstrin niti skrobni cucker ali invertni cucker, o čemer daje pojasnilo naslednja preskušnja.

Najprej se kuha prilično 25 cm³ zgoraj dobljene filtra s 50 cm³ Fehlingove raztopine, pri čemer ne sme biti spomina vredne redukcije.

(Skrobnega cukra ali invertnega cukra ni vmes.)

Dalje se 50 cm³ zmeša v betici s 5 cm³ solne kisline specifične teže 1.125, v vodni kopeli, ogreti do kakih 70°, naglo razgreje na 67 do 70° in drži na tej temperaturi natančno 5 minut, večkrat obrnivši; pri tem se v prigled temperature vpostavi toplomer v betico. Na to se naglo ohladi na 20° C., dodavši nekaj spodija ali zdrobljenega plovca precedi in zopet polarizuje v 200 mm-ski cevi. Prečitano število je pomnožiti za 1/10, primerno primešani solni kislini.

Če je sedaj dobljeno nagibanje na levo, preračunjeno na 100° poprej opravljene polarizacije, večje nego — 28°, tedaj ni smatrati, da je vmes dekstrin ali skrobni cukrer, in ob istočasni odsotnosti neposredno reducirajočega cukra se pokaže vsebina trstnega cukra v preskušnji iz neposredne polarizacije, pomnožene s 4.

Zaradi močno izredčene raztopine, ki se polarizuje, in pa male nagibnosti invertnega cukra, s čimer se jako povečajo pogreški ob čitanju, se lahko dogodi, da nagibanje na levo, tudi ako ni dekstrina ali skrobnega cukra, ne doseže razmerja — 28 na + 100; v vseh primerih torej, v katerih se je dobilo premajhno nagibanje na levo, se mora vsebina cukra določiti še težnoanalitiško. V ta namen se 25 cm³ s solno kislino invertovane tekočine (pri

več nego 15 odstotkih cukra primerno manje) za nevtralizacijo zmeša z enako množino natriumkarbonatove raztopine (36 g suhega natriumkarbonata na 1 l) in pa s 50 cm³ Fehlingove raztopine in se ravna dalje po metodi, predpisani spredaj v oddelku tega navodila, s tem da se tekočina 3 minute kuha, bakrooksidul z azbestno cevko precedi in v vodikovem toku reducira.

Po tabeli II se pokaže vsebina trstnega cukra iz tehtane bakrove množine za uporabljenih 25 (ali manje) cm³, ki ga je preračunati oziraje se na izredčenje s solno kislino, zaradi katere se je 16.28 g mila raztopilo na 275 cm³ (namesto na 250 cm³).

Ako tako najdena vsebina trstnega cukra soglašava z neposredno polarizacijo znotraj neizogibnih pogreškov analize, tedaj ni vmes dekstrina, tudi ako bi nagibanje na levo ne bilo doseglo do cela številke 28. Če je vmes dekstrin, bo prava vsebina trstnega cukra, najdena ob težnoanalitiški določitvi, manjša, nego bi ustrezalo neposredni polarizaciji. Ako je preskušnja neinvertirane raztopine hkratu pokazala, da je vmes neposredno reducirajoči cukrer, tedaj je bila poleg dekstrina še dekstroza, torej skrobni cukrer ali pa invertni cukrer. V prvem primeru bo znašala polarizacija po inverziji daleč pod 28, v drugem primeru, ako je vmes invertni cukrer, čez 28 preračunjeno na 100 neposredne polarizacije.

Ako je vmes skrobni cukrer, se pokaže vsebina trstnega cukra iz razlike težnoanalitiške določitve cukra pred inverzijo in po inverziji, če je vmes invertni cukrer, pa je vso težnoanalitiško najdeno vsebino cukra preračunati za trstni cukrer.

Table with multiple columns and rows of numerical data, likely a conversion table for sugar analysis. The text is very faint and difficult to read.

Tabela I *)

za preračun odstotne vsebine trstnega cukra, ustrežajoče nahajajočemu se invertnemu
cukru, iz najdene množine bakra, če se kuha 3 minute in če je 0·1628 g snovi.

Bakra	Trstnega cukra	Bakra	Trstnega cukra	Bakra	Trstnega cukra	Bakra	Trstnega cukra
miligramov	odstotkov	miligramov	odstotkov	miligramov	odstotkov	miligramov	odstotkov
79	24·57	126	38·87	173	53·63	220	68·87
80	24·87	127	39·18	174	53·95	221	69·20
81	25·17	128	39·49	175	54·27	222	69·53
82	25·47	129	39·80	176	54·59	223	69·87
83	25·78	130	40·11	177	54·91	224	70·20
84	26·08	131	40·42	178	55·23	225	70·53
85	26·38	132	40·73	179	55·55	226	70·86
86	26·68	133	41·04	180	55·87	227	71·19
87	26·98	134	41·35	181	56·19	228	71·53
88	27·29	135	41·66	182	56·51	229	71·86
89	27·59	136	41·98	183	56·83	230	72·19
90	27·89	137	42·29	184	57·15	231	72·52
91	28·19	138	42·60	185	57·47	232	72·85
92	28·50	139	42·91	186	57·79	233	73·18
93	28·80	140	43·22	187	58·11	234	73·51
94	29·10	141	43·53	188	58·43	235	73·85
95	29·40	142	43·85	189	58·75	236	74·18
96	29·71	143	44·16	190	59·07	237	74·51
97	30·02	144	44·48	191	59·39	238	74·84
98	30·32	145	44·79	192	59·72	239	75·17
99	30·63	146	45·10	193	60·04	240	75·50
100	30·93	147	45·42	194	60·36	241	75·83
101	31·24	148	45·73	195	60·69	242	76·17
102	31·54	149	46·05	196	61·01	243	76·51
103	31·85	150	46·36	197	61·33	244	76·84
104	32·15	151	46·68	198	61·65	245	77·18
105	32·45	152	46·99	199	61·98	246	77·51
106	32·76	153	47·30	200	62·30	247	77·85
107	33·06	154	47·62	201	62·63	248	78·18
108	33·36	155	47·93	202	62·95	249	78·52
109	33·67	156	48·25	203	63·28	250	78·85
110	33·97	157	48·56	204	63·60	251	79·19
111	34·27	158	48·88	205	63·93	252	79·53
112	34·58	159	49·19	206	64·26	253	79·88
113	34·88	160	49·50	207	64·58	254	80·22
114	35·19	161	49·82	208	64·91	255	80·56
115	35·49	162	50·13	209	65·23	256	80·90
116	35·80	163	50·45	210	65·56	257	81·24
117	36·10	164	50·76	211	65·89	258	81·59
118	36·41	165	51·08	212	66·22	259	81·93
119	36·71	166	51·40	213	66·55	260	82·27
120	37·01	167	51·72	214	66·88	261	82·61
121	37·32	168	52·04	215	67·21	262	82·95
122	37·63	169	52·35	216	67·55	263	83·30
123	37·94	170	52·67	217	67·88	264	83·64
124	38·25	171	52·99	218	68·21	265	83·98
125	38·56	172	53·31	219	68·54	266	84·32

*) Iz izvršitvenih določil k zakonu o cukrarini za nemško državo z dne 27. maja 1896. l.

Tabela II*)

za preračun vsebine trstnega cukra, ustrezajoče nahajajočemu se invertnemu cukru, iz najdene množine bakra, če se kuha tri minute.

Bakra	Trstnega cukra	Bakra	Trstnega cukra	Bakra	Trstnega cukra	Bakra	Trstnega cukra
miligramov	miligramov	miligramov	miligramov	miligramov	miligramov	miligramov	miligramov
79	40·0	125	62·8	171	86·3	217	110·5
80	40·5	126	63·3	172	86·8	218	111·1
81	41·0	127	63·8	173	87·3	219	111·6
82	41·5	128	64·3	174	87·8	220	112·2
83	42·0	129	64·8	175	88·3	221	112·7
84	42·5	130	65·3	176	88·9	222	113·2
85	42·9	131	65·8	177	89·4	223	113·7
86	43·4	132	66·3	178	89·9	224	114·3
87	43·9	133	66·8	179	90·4	225	114·8
88	44·4	134	67·3	180	91·0	226	115·4
89	44·9	135	67·8	181	91·5	227	115·9
90	45·4	136	68·3	182	92·0	228	116·4
91	45·9	137	68·8	183	92·5	229	117·0
92	46·4	138	69·4	184	93·1	230	117·5
93	46·8	139	69·9	185	93·6	231	118·1
94	47·3	140	70·4	186	94·1	232	118·6
95	47·8	141	70·9	187	94·6	233	119·2
96	48·3	142	71·4	188	95·1	234	119·7
97	48·8	143	71·9	189	95·7	235	120·3
98	49·3	144	72·4	190	96·2	236	120·8
99	49·8	145	72·9	191	96·7	237	121·3
100	50·3	146	73·4	192	97·2	238	121·8
101	50·8	147	73·9	193	97·7	239	122·4
102	51·3	148	74·5	194	98·3	240	122·9
103	51·8	149	75·0	195	98·8	241	123·5
104	52·3	150	75·5	196	99·3	242	124·0
105	52·8	151	76·0	197	99·8	243	124·6
106	53·3	152	76·5	198	100·4	244	125·1
107	53·8	153	77·0	199	100·9	245	125·7
108	54·3	154	77·5	200	101·4	246	126·2
109	54·8	155	78·0	201	101·9	247	126·8
110	55·3	156	78·5	202	102·5	248	127·3
111	55·8	157	79·0	203	103·1	249	127·9
112	56·3	158	79·6	204	103·6	250	128·4
113	56·8	159	80·1	205	104·1	251	128·9
114	57·3	160	80·6	206	104·6	252	129·4
115	57·8	161	81·1	207	105·2	253	130·0
116	58·3	162	81·6	208	105·7	254	130·6
117	58·8	163	82·1	209	106·2	255	131·1
118	59·3	164	82·6	210	106·7	256	131·7
119	59·8	165	83·2	211	107·3	257	132·2
120	60·2	166	83·7	212	107·8	258	132·8
121	60·7	167	84·2	213	108·4	259	133·3
122	61·2	168	84·7	214	108·9	260	133·9
123	61·7	169	85·2	215	109·4		
124	62·2	170	85·7	216	109·9		

*) Iz izvršitvenih določil k zakonu o cukrarini za nemško državo z dne 27. maja 1896. l.

Tabelle II

II.

Navodilo

za

preskušnjo čokolade gledé vsebine kakaa.

Čokolada je zmes kakao-mase in cukra, z dodatkom ali brez dodatka kakaove masti. „Kakao v finančnotehniškem zmislu“ se imenuje vsota kakaove mase in kakaove masti, ki sta v kaki čokoladi. Vsebina kake čokolade gledé tega „kakaa v finančnotehniškem zmislu“ se ustanovi na podstavi popolne kemijske analize, koje tek bodi tukaj le v velikih črtah popisan, posameznosti splošno rabnih metod pa se morajo pogledati v zadevni literaturi. 1)

Uzorce, ki se pokažejo ob mikroskopski preiskavi ali tekom kemijske preiskave za ponarejene (n. pr. za čez mero lupinaste, pomešane s skrobom i. e.) ali kako drugače abnormno sestavljene 2), je vpslati c. kr. kmetijsko-kemijskemu poskuševališču na Dunaju v preskušnjo. V poskušnjah normalne kakovosti naj ové analitik: trstni cukrer, mast, vodo, pepel in dušik. Tek preiskave je naslednji:

1) König. „Die menschlichen Nahrungs- und Genussmittel“ (Človeška živila in povžitnine). II. knjiga, 3. natis. Oddelek kakao in čokolade itd.

Bujard & Baier. „Hilfsbuch für Nahrungsmittelchemiker“ (Pomožna knjiga za kemike za živila). 2. natis, stran 227 nasl.

Elsner. „Praxis des Chemikers“ (Kemikova praksa). 7. natis. stran 475 nasl.

2) Normalna sestava kakaove mase je naslednja:
Vode 3 do 5 odstotkov, dušika 2·1 do 2·5 odstotka, masti 49 do 55 odstotkov (to je približno 50 odstotkov), pepela 3 do 4 odstotke, jodova številka masti 32 do 38, zamililna številka masti 190 do 204, tališče masti 30 do 33·5°, naznanilo refraktomerta ob 40° C. 46 do 48°.

1. Priprava poskušnje in mikroskopska preskušnja.

Večja množina čokolade se, kakor je omenjeno v navodilu I pod A, oddelek II, številka 3, na strgači fino nastrga, dobro premeša in se dene v posodo, ki se zapira brez pogreška. Za mikroskopsko preiskavo, ki jo je opraviti najprej, se oprusti majhna množina zdrobljene čokolade masti izpiraje jo na cedilniku s hlipom. Poskušnje je pod mikroskopom preskušati poglavitno gledé tega, ali je vmes kaj tujega skroba in ali so čezmerne množine lupinastih sestavin. Za nadrobno preiskavo lahko služi tudi ostanek določitve masti (gl. niže).

2. Trstni cukrer.

Določi se po predpisu, danem v navodilu I pod A, oddelek II, številka 3.

3. Mast.

Kvantitativno se določi neposredno, kvalitativno pa se preskusi s pomočjo razmililne številke refraktometriškega naznanila in jodove številke in pa tališča.

10 g čokolade se suši 2 do 3 ure v vodnem sušilniku in se potem v Soksletovem aparatu izvleče z brezvodnim hlipom. Mast, ki ostane, ko se hlip izpari, se do težne konstance prilično dve uri suši in tehta. Določitev je izvesti dvojno.

Ob določitvi masti dobljena mast se lahko takoj porabi v ekstrakcijski betici za ovedbo zamililnega števila, razgreva je 15 minut na vodni kopeli s 25 cm³ polunormalnega alkoholskega kaliluga in določivši s titracijo s polunormalno solno kislino za 1 g masti porabljene miligrame KOH.

Za ustanovitev refraktometriškega naznanila in tališča se mora ob ekstrakciji dobljena mast še enkrat izpustiti in čisto precediti. Prvo se zgodi pri 40° C. v Zeissovem refraktometru. Za določitev tališča se dene nekaj masti v ne preozko, spodaj odprto kapilarno cev, se pusti vsaj 2 dneva ležati in se potem pritrudi s kavčukovim obročem poleg toplotmerove posode za živo srebro. Ta posoda se pogrezne v posodo z vodo, ki se počasi mešaje jo razgreje. V trenutku, ko je stebriček masti čisto stopljen in se dviga v višino, se mora prečitati temperatura.

Jodova številka masti se najde s prilično 0.8 g snovi, kakor je znano, z vplivom Hüblove jodove raztopine na mast, raztopljeno v kloroformu, in s titracijo ne vezanega joda z natriumtiosulfatom.

4. Voda in pepel.

5 g čokolade se posuši v platinasti skledici v vodnem sušilniku, določi vsebini vode ustrezajoča izguba teže in potem snov v isti skledici previdno vpepeli.

5. Dušik.

Dušik se ové v prilično 3 g snovi po Kjeldahlu, kuhaje jo s 25 cm³ koncentrirane žveplene kisline in 2 kapljicama kovinskega živega srebra.

6. Preračun vsebine kakaa.

Vsebino kakaa v čokoladi je v normalnih razmerah, to se pravi, če čokolada ni niti ponarejena, niti abnormno sestavljena, preračunati enostavno iz razlike med težo čokolade Ch in v čokoladi ovedenim cukrom Z , to se pravi:

$$C = Ch - Z \dots \dots (1).$$

„Vsebina kakaa v finančnotehniškem zmislu“ C pa je na drugi strani sestavljena iz uporabljene kakaove mase Cm , ki se dá neposredno določiti, in iz „primešane kakaove masti“ Cf , ki se dá tudi neposredno določiti.

$$C = Cm + Cf \dots \dots (2).$$

„Uporabljena kakaova masa“ Cm se preračuni iz množine čokolade manje množino cukra Z in masti F , pomnoženo z 2, to se pravi:

$$Cm = 2 \times (Ch - Z - F).$$

„Primešana kakaova mast“ Cf se pokaže iz skupne masti F manje v normalni kakaovi masi obseženo mast $\frac{Cm}{2}$.

$$\begin{aligned} Cf &= F - \frac{Cm}{2} = F - (Ch - Z - F) \\ &= 2F + Z - Ch. \end{aligned}$$

Ako gre za normalno čokolado, mora s formulo (1) iz vsebine cukra preračunjena vsebina „kakaa“ vsaj približno soglašati z vsebino, ovedeno po formuli 2 po čisto analitiškem potu. Ako se to ne zgodi ali ako dá izvid povod uradni graji, je vzorec vposlati c. kr. kmetijsko-kemijskemu poskuševališču na Dunaju, kakor v primerih, navedenih v začetku.

III.

Navodilo

za

določitev vsebine neizpremenjenega alkohola v dišavah,
esencah i. e.

(Po načrtu uradnika na c. kr. kmetijsko-kemijskem poskuševališču na Dunaju,
drja. Franca Freyerja.)

Izparite 50 cm^3 tekočine, ki jo je preskusiti, v platinasti ali stekleni skledici na vodni kopeli:

1. Ostane vidno trden ali tekoč ostanek.

Zmeša se 100 cm^3 (pri 15° C . merjeno) s prilično 100 cm^3 vode in se destilujejo tri četrtine od tega. Destilat se vjame v betico z 200 cm^3 in žnjim se dalje ravna po 3.

2. Ostanek ne ostane. Meri se 100 cm^3 v betico z 200 cm^3 , pridene se voda blizu do znamke, meša se z obračanjem in se ravna po 3.

3. Blizu do znamke napolnjena betica z 200 cm^3 se ohladi na 15° C ., napolni natančno do znamke in se še enkrat dobro premeša, pri čemer se ne sme več volumen bistveno izpremeniti ali razgreti; potem se 50 cm^3 tekočine v deljeni stekleni cevi pomeša s prilično 10 cm^3 petroletra, stanje alkoholske tekočine natančno (pri 15° C .) prečita, cev zapre in z opetovanim obračanjem dobro premeša. Močno tresti se ne sme, ker se petroleter lahko emulgira in je potem jako težko doseči ločitev obeh tekočinskih plasti. Ko se je popolnoma odstavilo, se (pri 15° C .) prečita, za koliko se je zmanjšal volumen, kar daje pomnoženo s 4 zmanjšani volumen „a“ za 200 cm^3 . 100 cm^3 prvotne poskušnje se torej ni zredčilo na 200, temveč na $(200 - a)\text{ cm}^3$, ostanek teh 200 cm^3 se dene v ločilni lijak in se

tukaj tudi iztrese s prilično 50 cm^3 petroletra. V deljeni cevi se nahajajočih 50 cm^3 se lahko potem, ko se je prečitalo, zopet pridene glavni množini v ločilnem lijaku.

4. Iztresena tekočina se preskusi samo gledé tega, ali je kaj estrov (sadnih etrov), s tem da se 25 cm^3 od nje, dodavši fenoltalein natančno nevtralizuje, pridene 25 cm^3 polunormalnega alkoholskega kalijevega luga in pušča zaprto stati prilično 12 ur. Potem se nazaj titrira s polunormalno kislino in iz razlike porabljene kisline proti prav tako ustanovljenemu titru alkoholskega kalijevega luga se preračuni vsebina estra, oziraje se na izredčenje, in se izrazi za etilacetat. Ako znaša več nego 1 odstotek, je iztresenje še 3—4 krat ponoviti z novimi množinami petroletra. Pri kolonjski vodi itd. lahko preskušnja gledé estra izostane in se ravna takoj dalje po 5, pri rumovih esencah pa se naprej trikrat izlije, nato se določi ester in potem se eventualno dalje izliva dotlej, da je padla vsebina estra pod 1 odstotek.

5. V 3 ali 4 dobljeni, popolnoma sčiščeni alkoholski tekočini se določi s piknometrom specifična teža in njej ustrezajoča vsebina vsebina alkohola v volumskih odstotkih. Z $\frac{200 - a}{100}$ pomnožen daje vsebino alkohola v prvotni poskušnji.