

Dziennik ustaw państwa

dla

królestw i krajów w Radzie państwa reprezentowanych.

Część XLVI. — Wydana i rozesłana dnia 16. maja 1902.

Treść: № 102. Rozporządzenie, którem ogłasza się nowe instrukcje: I. do oznaczania drogą analizy procentów cukru trzcinowego w wytworach cukier zawierających, II. do obliczania ilości kakaa w czekoladzie i III. do oznaczania procentów niezmienionego alkoholu w perfumach, esencyach itp.

102.

Rozporządzenie Ministerstwa skarbu z dnia 5. maja 1902,

którem ogłasza się nowe instrukcje: I. do oznaczania drogą analizy procentów cukru trzcinowego w wytworach cukier zawierających, II. do obliczania ilości kakaa w czekoladzie i III. do oznaczania procentów niezmienionego alkoholu w perfumach, esencyach itd.

W porozumieniu z królewsko węgierskim Ministerstwem skarbu ogłasza się niniejszem stosownie do postanowień §u 1go rozporządzenia Ministerstwa

skarbu z dnia 20. lipca 1899, Dz. u. p. Nr. 126, następujące instrukcje do oznaczania drogą analizy procentów cukru trzcinowego w wytworach cukier zawierających, sprawdzania ilości kakaa w czekoladzie i oznaczania procentów niezmienionego alkoholu w perfumach, esencyach itp.

Instrukcja do oznaczania zawartości cukru trzcinowego w wytworach cukier zawierających, ogłoszona w załączce do przytoczonego powyżej rozporządzenia Ministerstwa skarbu, przestaje obowiązywać.

Postanowienia niniejszego rozporządzenia wejdą w wykonanie z dniem ogłoszenia.

Böhm r. w.

I.

Instrukcja

do

oznaczania drogą analizy procentów cukru trzcinowego w wytworach cukier zawierających.

(Ułożona przez urzędnika c. k. Doświadczalni rolniczo-chemicznej w Wiedniu, Dra Franciszka Freyera.

A. Badanie cukierków, bombonków, syropów owocowych, czekolady, owoców kandyzowanych, kompotów, marmelad itp.

Przebieg analizy zawisa przedewszystkiem od tego, czy próbka, która ma być poddana badaniu, rozpuszcza się w wodzie zupełnie (albo prawie zupełnie), czy nie. Stosownie do zachowania się próbki w tej mierze, sposób badania, jaki wybrać należy, jest rozmaity.

I. Próbka rozpuszcza się w wodzie zupełnie albo prawie zupełnie.

Pierwszą rzeczą, i to nie tylko wtedy, gdy chodzi o cukierki, lecz także przy badaniu wszelkich innych próbek, jest:

sprawdzenie obecności cukru skrobiowego lub dekstryny.

26.048 g próbki jak najstaranniej roztartej i przemieszanej daje się do kolbki o pojemności 100 cm³ i rozpuszcza się w destylowanej wodzie. Aby roztwór ten wyklarować, zaprawia się go w razie potrzeby kilku kroplami octanu ołowianego. Następnie napełnia się kolbkę aż do kreski, zakłóca się roztwór należycie i przepuszcza się go przez czysty sączek (roztwór A). Przesącz polaryzuje się w rurce 200-milimetrowej („Polaryzacja bezpośrednia“).

50 cm³ tego roztworu miesza się następnie w kolbce o pojemności 100 cm³ z 25 cm³ wody i 5 cm³ kwasu solnego o ciężarze gatunkowym 1.19,

kolbkę zaś samą wstawia się do łaźni wodnej, której temperatura wynosi mniej więcej 70° C., ogrzewa się ją w przeciągu 2 do 3 minut do 67°—70° C. i trzyma się w tej temperaturze przez 5 minut. Dla kontroli temperatury wstawia się w kolbkę termometr, podczas ogrzewania zaś obraca się nią na rozmaite strony. Po zinwertowaniu oziębia się kolbkę szybko do 20° C., spłókuje się termometr, dolewa się aż do kreski (roztwór B) i polaryzuje się ciecz w rurce 200-milimetrowej. Otrzymaną liczbę mnoży się przez 2. Jeżeli skręcenie na lewo wynosi na 100° „polaryzacji bezpośredniej“ (ob. powyższe określenie) 28 stopni albo mniej, jest to znakiem obecności cukru skrobiowego lub dekstryny. Roztwory zanadto ciemne należy przed polaryzowaniem odbarwić zapomocą dwóch lub trzech gramów węgla zwierzęcego (z krwi), wymytego kwasem solnym. Ile cukru węgiel pochłania, należy sprawdzić już przedtem zapomocą takiej samej ilości węgla, a otrzymaną przy tem liczbę użyć jako poprawkę polaryzacji, wykonanej z użyciem węgla zwierzęcego.

Także przy tem badaniu możliwe są dwa przypadki:

- a) W roztworze niema ani cukru skrobiowego, ani dekstryny.

W takim razie szuka się obecności cukru inwertowego zapomocą roztworu Soldainiego lub Fehlinga.

- a₁) Nie można wykazać znaczniejszych ilości cukru inwertowego. W tym przypadku

wskazuje polaryzacja bezpośrednia, ile procentów cukru trzcinowego zawiera się w próbce.

a₂) W próbce znajduje się cukier inwertowy. 50 cm³ roztworu B (obacz powyższe objaśnienie), otrzymanego przez inwersję za pomocą kwasu solnego, a odpowiadającego 6·512 g substancji, odmierza się w kolbce litrowej, dopełnia się aż do kreski i nalewa się 25 cm³ tego płynu (odpowiadającego 0·1628 g substancji) do kolby Erlenmeyera. Aby zobojętnić zawarty w tym płynie wolny kwas, dodaje się doń 25 cm³ roztworu węglanu sodowego, zawierającego w sobie 1·4 g bezwodnego węglanu sodowego, a nadto 50 cm³ roztworu Fehlinga, ogrzewa się aż do wrzenia i zostawia się dokładnie przez 3 minuty w stanie wrzącym. Rozgrzewanie odbywać się winno jak najszybciej za pomocą dobrego potrójnego palnika, a cały proces rozgrzewania powinien przy użyciu siatki drucianej, obłożonej wykrojona tekturą asbestową trwać 3½ do 4 minut. Jak tylko płyn zacznie silnie kipieć, należy palnik potrójny zastąpić pojedynczym. Po zagotowaniu usuwa się kolbę z nad płomienia i nalewa się do niej 100 cm³ zimnej wody destylowanej, nie zawierającej baniek powietrzonych, a płyn w kolbie zawarty przecedza się za pomocą dobrze działającego aparatu ssącego natychmiast przez odważoną asbestową rurkę sączkową Allihna. Asbest zwilża się poprzedzając małą ilością wody. Gdy płyn ścieknie, spłukuje się osad w stosowny sposób zimną wodą na sączek, pomagając sobie przy tem piórem gęsim, a po zupełnem spłukaniu do rurki asbestowej wymywa się go 100 do 150 cm³ kipiącej wody. Podczas przesączania i wymywania dobrze by było zasadzić wolno na rurkę asbestową lejek o krótkiej szyjce i podczas całego procesu przesączania uważać na to, żeby płyn w rurce asbestowej nigdy całkiem nie ściekł. Po ukończeniu wymywania przepłukuje się jeszcze mniej więcej 20tu cm³ alkoholu i 20tu cm³ eteru i wstawia się rurkę na kilka minut do suszarki. Po osuszeniu łączy się ją za pomocą korka i rurki kauczukowej z opłóczką aparatu do wywiązywania wodoru, napełnioną kwasem siarkowym i chromowym i redukuje się tlenek miedziawy przez powolne ogrzewanie w strumieniu wodoru. Po kilku minutach redukcja jest ukończona, poczem rurkę z miedzią oziębia się w strumieniu wodoru. Oziębioną

rurkę wkłada się do ekzykatora, a po upływie kwadransa odważa się ją.

Z wagi miedzi oblicza się zawartość cukru trzcinowego według tabeli dołączonej do niniejszej instrukcji.

Tablica I.

Oznaczenie cukru jest jednak tylko w takim razie dokładne, jeżeli przesącz wydzielonej miedzi jest jeszcze wyraźnie na niebiesko zabarwiona. Jeżeli tak nie jest, to badanie należy powtórzyć, biorąc do tego stosownie mniejszą ilość roztworu cukrowego, a więc n. p. 20 cm³ lub 15 cm³ roztworu B, dopełnionego do 1 l. W takim razie jednak także do zobojętnienia użyć należy 20 cm³, względnie 15 cm³ przepisanego roztworu węglanu sodowego. Nadto dodać należy koniecznie oprócz 50 cm³ roztworu Fehlinga jeszcze 10 cm³, względnie 20 cm³ wody destylowanej, a zresztą postępować w taki sam sposób, jak to powyżej podano. Nadto, jeżeli zachodzą takie warunki, zawartość cukru trzcinowego należy obliczać nie według tablicy I., lecz według tablicy II., przydanej do niniejszej instrukcji.

Tablica II.

Przykład: Wzięto 20 cm³ roztworu, a waga miedzi wynosiła 220 mg; tych 220 mg miedzi odpowiada według tablicy II. 112·2 mg cukru trzcinowego; ponieważ jednak 20 cm³ płynu na próbkę użytego odpowiada

$$0\cdot13024 \text{ g} = \frac{20 \times 0\cdot1628}{25} \text{ próbki, prze-}$$

to zawartość cukru trzcinowego równa się:

$$\frac{0\cdot1122 \times 100}{0\cdot13024} = 86\cdot1\%$$

b) W roztworze znajduje się cukier skrobiowy lub dekstryna.

Bada się za pomocą roztworu Soldainiego lub Fehlinga, czy substancje redukujące są obecne.

b₁) Badanie nie wykazuje znaczniejszej redukcji. W takim razie obecną jest tylko dekstryna, ale niema ani cukru skrobiowego, ani inwertowego, a zawartość cukru trzcinowego oznacza się po dokonaniu inwersji w taki sposób, jak to podano pod I a₂.

b₂) Redukcja jest widoczną. W takim razie cukier skrobiowy jest albo sam obecny albo razem z cukrem inwertowym, a oznaczenie „wszystkiego cukru trzcinowego“ w próbce w rozumieniu skarbowo-technicznym, to jest sumy „cukru trzcinowego nieprzemienionego“ i „cukru inwer-

lowego“ jest na teraz z reguły niemożliwe. ¹⁾

Gdyby w szczególnych przypadkach zachodziła potrzeba oznaczenia „nieprzemienionego (to znaczy niezinwertowanego) cukru trzcinowego“ w próbce, zawierającej cukier skrobiowy, natenczas postępuje się w następujący sposób:

Bierze się dwie kolby litrowe i do jednej z nich daje się 25 cm³ niezinwertowanego roztworu A (ob.

¹⁾ Tylko, jeżeli się posiada próbkę cukru skrobiowego lub syropu cukru skrobiowego do sporządzenia dotyczącego wytworu użytego, można tak ilość cukru skrobiowego, jak i ilość „wszystkiego cukru trzcinowego“ obliczyć w przybliżeniu w następujący sposób: Sporządza się 10-procentowy roztwór cukru skrobiowego i oznacza się polaryzację, tudzież zawartość „cukru redukującego“ a. m. tę ostatnią zapomocą roztworu Fehlinga. Odważoną miedź oblicza się jednak nie jako dekstrozę, lecz jako cukier inwertowy, posługując się przy tem znaną tablicę Meißla. Polaryzację i zawartość cukru przerachowuje się na 100 g substancji i oblicza się zapomocą dzielenia skrócenie na prawo (spowodowane dekstriną + dekstrozą), odpowiadające 1 g redukującego cukru; to skrócenie oznacza się literą *p*. W próbce towaru, która ma być badana, oznacza się następnie po zinwertowaniu jej zapomocą kwasu solnego, także polaryzację (dokładnie przy 20° C) i „wszystek cukier“ (jako cukier inwertowy) i przerachowuje się tak jedną jak i drugą na 100 g substancji.

Niech *a* oznacza znalezioną ilość cukru redukującego w 100 g substancji, obliczonego jako cukier inwertowy:

- x* . . . ilość cukru inwertowego w 100 g zawartego;
- y* . . . ilość dekstrozy zawartej w 100 g (oznaczonej jako cukier inwertowy);
- P* . . . polaryzację roztworu 100-procentowego;
- p* . . . polaryzację w badanym cukrze skrobiowym, odpowiadającą 1 g cukru redukującego.

— 1·16 skrócenie 1 grama cukru inwertowego w rurce 200 mm — w takim razie $x + y = a$,

$$-1·16 x + p y = P.$$

Wartość znaleziona dla *x*, pomnożona przez 0·95, daje zawartość cukru trzcinowego, *y* ilość cukru redukującego, zawartego w cukrze skrobiowym; ilość cukru skrobiowego wypada z tych danych sama przez się.

Przykład: Syrop cukru skrobiowego wykazywał w 10-procentowym roztworze skrócenie na prawo + 66·6° V. Ilość cukru redukującego, obliczonego jako cukier inwertowy, wynosiła 41·92 procentów.

$$p . . . \text{równa się zatem} = \frac{66·0}{41·92} = +15·9° V.$$

Wytwór cukrowy, sporządzony z tego syropu cukru skrobiowego, okazywał w 10-procentowym roztworze po inwersji skrócenie — 1·2° V, przeto

$$P . . . = -12·0.$$

Ilość cukru, oznaczona w płynie zinwertowanym i obliczona jako cukier inwertowy, wynosiła 70·52 procentów.

$$x + y = 70·52$$

$$-1·16 x + 15·9 y = -12·0$$

a stąd

$x = 66·43 = 66·43 \cdot 0·95 = 61·1$ procentów cukru trzcinowego,

powyższe określenie), do drugiej zaś 50 cm³ zinwertowanego roztworu B; następnie oznacza się w obu przypadkach zawartość cukru w 25 cm³ (obliczonego według tablicy I jako cukier trzcinowy) podług metody, podanej pod *a*₂. Różnica obu oznaczeń daje zawartość „nieprzemienionego cukru trzcinowego“, wyrażoną w procentach. Redukcyja przy pierwszym z tych dwóch oznaczeń może być następstwem cukru skrobiowego albo cukru inwertowego i skrobiowego; znalezioną w ten sposób ilość cukru oznacza się jako „cukier redukujący (dekstroza cukru skrobiowego + cukier inwertowy)“.

II. Próbką rozpuszcza się w wodzie niezupełnie, a roztwór zawiera znaczną pozostałość.

Rozróżniać należy przy tem następujące trzy przypadki:

1. Marmelady, owoce kandyzowane, w cukrze konserwowane i smarzone, tudzież owoce musztardowe.

Większą ilość próbki, najlepiej zawartość całego słoika, rozciera się w obszernym moździerzyku porcelanowym, posługując się przy tem w razie potrzeby nożem i widelcem, a potłuczony peski osobno, dodaje się je znowu do głównej masy i postępowanie to powtarza się tak długo, dopóki wszystko nie przemieni się w jednostajną miłą masę. Gdy chodzi o owoce w parze gotowane itd., odlewa się naprzód sok, z owocami zaś samymi postępuje się według powyższej wskazówki i miesza się je następnie napowrót ze sokiem. Do rozdrabniania i mięszania nadaje się bardzo dobrze tak zwana maszynka do siekania mięsa, której użycie szczególnie się zaleca. Z tej masy odważa się dwa razy po 5/4 wagi normalnej = 32·56 g, wypłukuje się jedną próbkę wodą w kolbce o pojemności 250 cm³, drugą zaś w kolbce o pojemności 500 cm³, dolewa się wody, dopóki płyn nie dojdzie do dwóch trzecich objętości flaszki i zostawia się go tak 1/2 godziny, często zakłócając. Następnie dodaje się 5 cm³ octanu ołowiu, dolewa się aż do kreski, i zakłóciwszy należycie, przesącza się. Powstawaniu piany, któraby nie pozwałała dokładnie odczytywać cyfer i ustawić poziomu płynu równo z kreską, zapobiega się kilku kroplami alkoholu. Z oboma roztworami, z których jeden zawiera pół, drugi ćwierć wagi normalnej

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

cukru skrobiowego.

Ponieważ skrócenie płynu zinwertowanego jest po większej części bardzo małe, przeto źródła błędów są dosyć znaczne, a wyniki, osiągnięte według tej metody są tylko w przybliżeniu dokładne. Według okoliczności może metoda ta posłużyć do zorientowania się nawet w takim razie, jeżeli się nie posiada użytego cukru skrobiowego. Doświadczenie uczy, że w takim razie za *p* przyjąć można wartość średnią 17·0.

substancyi w 100 cm^3 , postępuje się dalej według przepisu, podanego w następującym ustępie (2).

2. Inne wytwory cukier zawierające, które nie rozpuszczają się w wodzie bez pozostałości (z wyjątkiem czekolady).

Próbkę rozciera się w moździerzyku tak miałko, jak tylko można, odważa się dwa razy po $\frac{3}{4}$ wagi normalnej = 32.56 g , jedną połowę nalewa się wodą o temperaturze mniej więcej 30° w kolbce o pojemności 250 cm^3 , drugą zaś w kolbce o pojemności 500 cm^3 i zostawia się je tak przez pół godziny, często zakłócając. Następnie dodaje się trochę octanu ołowiu, dopełnia się aż do kreski i przesącza się. Przy tej próbie otrzymujemy, podobnie jak w poprzedzającym przypadku, dwa rozczyzny, z których każdy zawiera w sobie taką samą wagę substancyi, jednak w rozmaitych objętościach płynu. Stosownie do tego objętość części nierozpuszczalnych, która ma być wzięta w rachubę przy dokładnem oznaczaniu cukru, może być z polaryzacji obliczona

Oznaczanie „objętości części nierozpuszczalnych“. Oba rozczyzny polaryzuje się.

Jeżeli a oznacza polaryzację w kolbce 250-centymetrowej³, b polaryzację w kolbce 500-centymetrowej³, a x objętość części nierozpuszczalnej razem z osadem, powstałym przez strącenie octanem ołowianym, natenczas $a [100 - x] = b [200 - x]$, a stąd $x = \frac{100(a - 2b)}{a - b}$.

Przy następujących obliczeniach należy mieć uwagę na to, że pierwotny rozczyzn zawiera pół wagi normalnej nie w 100 cm^3 , względnie w 200 cm^3 , lecz w $100 - x$, względnie w $200 - x \text{ cm}^3$ płynu.

Badanie co do cukru skrobiowego i dekstryny.

Do dalszego badania używa się tylko rozczyynu zagęszczonego, t. j. zawartości kolbki 250 cm^3 , i postępuje się ściśle według przepisu pod A I podanego z tą tylko różnicą, że do odmierzonych 50 cm^3 dodaje się przed domieszanem kwasu solnego 2 cm^3 nasyconego roztworu siarkanu sodowego. Po inwersyi przesącza się i dopełnia się aż do kreski.

a) W rozczyynie niema ani cukru skrobiowego ani dekstryny. Próbkę bada się co do cukru inwertowego zapomocą rozczyynu Soldaini'ego lub Fehlinga.

a₁) Jeżeli niema znaczniejszej ilości cukru inwertowego, natenczas zawartość cukru trzcinowego równa się $\frac{2a(100-x)}{100}$,

przy czem a oznacza polaryzację rozczyynu z 13.024 g na 100 cm^3 , zaś x obliczoną objętość osadu nierozpuszczalnego.

a₂) W próbce znajduje się cukier inwertowy. Odmierza się 50 cm^3 wzmiankowanego powyżej rozczyynu, sporządzonego według I i zinwertowanego zapomocą kwasu solnego, w kolbce półlitrowej, dopełnia się aż do kreski i oznacza się w 25 cm^3 cukier zapomocą gotowania rozczyznem Fehlinga, całkiem tak samo, jak to opisano przy badaniu wytworów cukrowych, rozpuszczających się bez pozostałości (pod I, a₂). Zawartość cukru trzcinowego, odczytaną na tablicy, pomnożyć należy dla sprostowania nierozpuszczalnej pozostałości

$$\text{przez } \frac{100 - x}{100}.$$

b) W próbce znajduje się cukier skrobiowy albo dekstryna. Do tego przypadku stosuje się to, co się powiedziało pod I, b).

3. Czekolada.*) Ponieważ czekolada zawiera w sobie tylko wyjątkowo cukier inwertowy albo dekstrynę, a postępowanie przy sporządzaniu rozczyynu musi być ze względu na zawarte w niej tłuszcze i wielką ilość substancyi nierozpuszczalnych nieco odmienne, przeto poświęca się jej tutaj osobny ustęp. Jednakże wytwory, czekoladę zawierające, cukierki czekoladowe itd. bada się według II 2.

Większą ilość czekolady (około 100 g) trze się miałko na tarku i miesza się ją naleźycie. Następnie odważa się dwa razy pół wagi normalnej (13.024 g), zwilża się mączkę czekoladową w kieliszku alkoholem, polewa się tę masę $30-40 \text{ cm}^3$ gorącej wody i ogrzewa się ją przez kwadrans w łaźni wodnej. Potem splókuje się jedną próbkę do kolbki o pojemności 100 cm^3 , drugą do kolbki o pojemności 200 cm^3 , dodaje się do niej octanu ołowiu i kilka kropel roztworu ałunu i dopełnia się po zupełnem wystygnięciu aż do kreski. Następnie płyn w obu kolbkach zakłóca się naleźycie, przepuszcza się przez sączek, a obie przesącze polaryzuje się. Nieobecność cukru inwertowego, cukru skrobiowego i dekstryny sprawdza się według postępowania podanego w rozdziale I. i oblicza się zawartość cukru trzcinowego z obu polaryzacji według wzmiankowanej już formuły $\frac{2a(100-x)}{100}$.

Gdyby w próbce znajdował się cukier inwertowy, w takim razie zawartość cukru trzcinowego obliczyłyby należało ilościowo według II, a₂.

Od ilości cukru, obliczonej przy badaniu marmolad, owoców kandyzowanych, w cukrze konserwowanych i smażonych, tudzież owoców musztardowych, potrącić należy 6 procentów, które odpowiadają średniej ilości cukru, w owocach kandyzowanych już pierwotnie zawartego.

*) Badanie czekolady co do ilości zawartego w niej kakaa odbywać się ma według instrukcyi II.

B. Badanie płynów cukier zawierających (likierów).

Ilość cukru, zawartego w ciekłych wytworach cukier zawierających, nie oznacza się w procentach wagi, lecz w stosunku „gramów na liter“, skutkiem czego potrzebnych ilości płynu się nie odważa, lecz odmierza się pipetką lub w kolbce miarowej, przywódlszy poprzedz płyn do temperatury normalnej 17.5° C.

Badanie co do cukru skrobiowego i dekstryny

Likiery bezbarwne można wprost polaryzować; jeżeli jednak chodzi o likiery zabarwione, w takim razie stawia się próbkę 100 cm³ na łaźnię wodną, dopóki nie wyparuje do połowy, następnie splókuje się ją do kolbki o pojemności 100 cm³ i zaprawia się albo małą ilością octanu ołowiu i kilku kroplami alunu albo dodaje się doń po dopełnieniu aż po kreskę nieco węgla zwierzęcego, a to w celu odbarwienia. Przesącz, otrzymaną po użyciu octanu ołowiu, zaprawia się według okoliczności jeszcze raz węglem zwierzęcym i przepuszcza się jeszcze raz przez sączek. Ponieważ rozmaite barwki zachowują się rozmaicie wobec środków do klarowania i odbarwiania używanych, przeto najlepiej przekonać się już naprzód, na podstawie kilku prób z nieodmierzonemi ilościami próbki, jakie postępowanie odpowiadałoby najbardziej celowi. Często można płyn dopiero po rozcieńczeniu wodą uczynić tak przejrzystym, iżby go można polaryzować, w którym to przypadku przy obliczaniu wyników należy to rozcieńczenie uwzględnić. Przy badaniu cukru palonego (karmelu) nie można polaryzacji wogóle wykonać i co do tych próbek, które i tak często zawierają cukier skrobiowy, ograniczyć się należy do oznaczenia cukru trzcinowego, zawartego w nich w stanie nieprzemienionym, którego ilość otrzymuje się z różnicy oznaczeń za pomocą analizy ilościowej przed inwersją i po niej. Z polaryzowanego płynu odmierza się 50 cm³ do kolbki o pojemności 100 cm³, dodaje się 25 cm³ wody i 5 cm³ kwasu solnego o ciężarze gatunkowym 1.19, inwertuje się w sposób pod I podany i polaryzuje się w rurce 200-milimetrowej przy 20° C. Otrzymaną polaryzację mnoży się przez 2 i przerachowuje się na 100 części polaryzacji bezpośredniej. Jeżeli skręcenie na lewo wynosi —28° lub mniej na 100 części polaryzacji bezpośredniej, świadczy to o obecności cukru skrobiowego.

a) W próbce niema ani cukru skrobiowego ani dekstryny. W takim razie bada się ją co do obecności cukru inwertowego roztworem Soldani'ego lub Fehlinga.

a₁) Niema znaczniejszej ilości cukru inwertowego. W takim razie zawartość cukru

równa się $\frac{a \cdot 26.048}{100}$, przyczem *a* ozna-

cza polaryzację bezpośrednią. Jeżeli w celu wykonania polaryzacji trzeba było próbkę rozcieńczyć, to otrzymaną liczbę pomnożyć należy przez odpowiedni czynnik.

a₂) Próbka zawiera cukier inwertowy. W tym razie rozcieńcza się 25 cm³ zinwertowanego roztworu (= 12.5 cm³ płynu pierwotnego), stosownie do przewidywanej zawartości cukru w próbce, na 500 albo 1000 cm³ i oznacza się według I, a₂ zawartość cukru trzcinowego w 25 cm³ przez gotowanie z roztworem Fehlinga, posługując się przy tem tablicą II.

b) Próbka zawiera cukier skrobiowy lub dekstrynę. W tym razie stosuje się postępowanie pod A i b przepisane. Jeżeliby dla zorientowania się pożądanem było oznaczenie cukru trzcinowego, zawartego w próbce jeszcze w stanie nieprzemienionym, natenczas bierze się dwie kolbki litrowe, wlewa się do jednej z nich 25 cm³ pierwotnego, do drugiej 50 cm³ zinwertowanego płynu i w obu roztworach oznacza się przez gotowanie roztworem Fehlinga, ile cukru zawiera się w 25 cm. Różnica obu oznaczeń wskazuje ilość cukru trzcinowego, zawartego w próbce w stanie nieprzemienionym.

C. Badanie skondenzowanego mleka.

Podstawa tego sposobu badania.

Mleko skondenzowane zawiera w sobie oprócz cukru trzcinowego (*R*) także większe ilości cukru mlecznego (*M*), którego obecność w próbce musi być przedewszystkiem sprawdzona z jego zdolności redukcyjnej względem roztworu Fehlinga. Następnie inwertuje się drugą próbkę zapomocą kwasu cytrynowego, który działa tylko na cukier trzcinowy, a dla cukru mlecznego jest obojętny, oznacza się w płynie zinwertowanym „wszystek cukier“ (*G*) i otrzymuje się z różnicy $G - M = R$ szukaną ilość cukru trzcinowego.

Wykonanie analizy.

5 g próbki rozpuszcza się mniej więcej w 200 cm³ wody, zaprawia się 10 cm³ roztworu siarkanu miedzi (Nr. 1. roztworu Fehlinga) i taką ilością ługu sodowego, aby płyn jeszcze kwaśno oddziaływał. Potrzeba do tego około 6 cm³ 10-procentowego ługu sodowego. Potem napełnia się aż do 250 cm³ i oznacza się cukier mleczny w 25 cm³ przesączy zawarty, gotując próbkę przez 4 minuty z 50 cm³ roztworu Fehlinga i 75 cm³ wody i redukując wydzielony tlenek miedziawy, osadzony przy przesączaniu na rurce asbestowej. Odważoną miedź przerachowuje się nie na cukier mleczny, lecz na cukier trzcinowy, i to według tablicy II.

Dalszych 50 cm³ przesączy gotuje się z 5 cm³ 10-procentowego roztworu kwasu cytrynowego przez

10 minut. Po ostygnięciu zubojeźnia się ten płyn, dopełnia się do 100 cm^3 i w 25 cm^3 oznacza się „wszystek cukier“ znowu w sposób powyżej podany (czas gotowania 4 minuty). Od tego cukru („wszystek cukier“), obliczonego również jako cukier trzcinowy w procentach, potrąca się ilość cukru bezpośrednio znalezionej. Różnica daje nam zawartość cukru trzcinowego.

D. Badanie mydeł.

Na łaźni wodnej rozpuszcza się $16\cdot28\text{ g}$ mydła (odpowiadających czwartej części wagi normalnej dla 250 cm^3) mniej więcej w 100 cm^3 wody i mieszając ten gorący roztwór, zaprawia się go 10procentowym roztworem chlorku barowego w małym nadmiarze. Roztworu tego bierze się w tym celu $40\text{--}50\text{ cm}^3$, a punkt zupełnego strącenia poznaje się po tem, że przy mieszaniu płyn przestaje się pieniać. Następnie wlewa się ten płyn razem z osadem w kolbkę miarową o pojemności 250 cm^3 , po ostudzeniu dopełnia się aż po kreskę i dodaje się jeszcze 10 cm^3 wody jako poprawkę objętości osadu barytowego. Zakłóciwszy ten płyn należycie, przepuszcza się go przez sączek, a płyn przejrzysty polaryzuje się w rurce 200-milimetrowej. Liczba odczytana, pomnożona przez 4, daje zawartość cukru trzcinowego w procentach, jednak tylko w takim razie, jeżeli w próbce znajduje się tylko cukier trzcinowy, a niema ani dekstryny, ani cukru skrobiowego lub inwertowego, o czem przekonać się można na podstawie następującej próby.

Naprzód gotuje się około 25 cm^3 przesączy, w sposób powyższy otrzymanej, z 50 cm^3 roztworu Fehlinga, przy czem nie powinna następować znaczniejsza redukcya.

(Nieobecność cukru skrobiowego lub inwertowego.)

Następnie zaprawia się 50 cm^3 próbki w kolbce 5 cm^3 kwasu solnego o ciężarze gatunkowym $1\cdot125$, ogrzewa się ją na łaźni wodnej o temperaturze mniej więcej 70° do $67\text{--}70^\circ\text{ C}$. i utrzymuje się w tej temperaturze dokładnie przez 5 minut, zakłócając raz po raz; dla kontroli temperatury wstawia się w kolbkę termometr. Następnie oziębia się szybko do 20° , przesącza się za dodaniem małej ilości mączki kościanej lub sproszkowanego pumeksu i polaryzuje się znowu w rurce 200-milimetrowej. Odczytaną liczbę należy powiększyć o $\frac{1}{10}$, stosownie do ilości dodanego kwasu solnego.

Jeżeli osiągnięte teraz skrócenie na lewo, obliczone na 100° polaryzacji przedtem wykonanej, jest większe jak -28° , świadczy to o tem, że w próbce niema ani dekstryny, ani cukru skrobiowego, a jeżeli próbka nie zawiera także cukru bez-

pośrednio redukującego, to zawartość cukru trzcinowego oblicza się, mnożąc polaryzację bezpośrednią przez 4.

W obec znacznego rozcieńczenia roztworu, który ma być polaryzowany, tudzież w obec małej zdolności skręcania cukru inwertowego, skutkiem której błędy w odczytywaniu bardzo rosną, może się zdarzyć, że skrócenie na lewo nawet w razie nieobecności dekstryny lub cukru skrobiowego nie dochodzi do stosunku -28 na $+100$; dlatego też we wszystkich przypadkach, w których otrzymano za małe skrócenie na lewo, oznaczyć należy zawartość cukru także na podstawie analizy wagowej. W tym celu 25 cm^3 płynu zinwertowanego kwasem solnym (gdy procenty cukru wynoszą więcej jak 15, stosownie mniejszą ilość), zaprawia się dla zubojeźnienia taką samą ilością roztworu węglanu sodowego (36 g suchego węglanu sodowego na 1 l) i 50 cm^3 roztworu Fehlinga i postępuje się dalej według metody, przepisanej w rozdziale I. tej instrukcyi, gotując płyn przez 3 minuty, odsączając tlenek miedziowy zapomocą rurki asbestowej i redukując go w strumieniu wodoru.

Zawartość cukru trzcinowego znajduje się następnie według tablicy II. z odważonej ilości miedzi dla użytych 25 (lub mniej) cm^3 , przy czem uwzględnić należy rozcieńczenie kwasem solnym, w skutek którego rozpuszczono $16\cdot28\text{ g}$ mydła na 275 cm^3 (zamiast na 250 cm^3).

Jeżeli znalezione w ten sposób zawartość cukru trzcinowego zgadza się w granicach nieuniknionych błędów analizy z polaryzacją bezpośrednią, świadczy to o tem, że w próbce nie było dekstryny, choćby nawet skrócenie na lewo nie dochodziło całkiem do cyfry 28. W razie obecności dekstryny, prawdziwa zawartość cukru trzcinowego, znalezionej przy oznaczaniu zapomocą analizy wagowej, będzie mniejsza, jak ta, któraby odpowiadała polaryzacji bezpośredniej. Jeżeli badanie roztworu zinwertowanego wykazało zarazem obecność cukru bezpośrednio redukującego, jest to znakiem, że oprócz dekstryny była w próbce także dekstroza, a więc cukier skrobiowy lub inwertowy. W pierwszym przypadku polaryzacja wynosić będzie po zinwertowaniu daleko mniej aniżeli 28 na 100 polaryzacji bezpośredniej, w drugim przypadku, t. j. w razie obecności cukru inwertowego, więcej jak 28.

W razie obecności cukru skrobiowego otrzymujemy zawartość cukru trzcinowego z różnicy oznaczeń cukru drogą analizy wagowej przed inwersją i po inwersyi, a w razie obecności cukru inwertowego obliczyć należy całą zawartość cukru, oznaczoną drogą analizy wagowej, jako cukier trzcinowy.

T a b l i c a I *)

do obliczania procentowej zawartości cukru trzcinowego, odpowiadającej zawartości cukru inwertowego, z ilości miedzi, znalezionej przy gotowaniu przez 3 minuty i przy użyciu 0·1628 g substancyi.

| Miedzi | Cukru trzcinowego | Miedzi | Cukru trzcinowego | Miedzi | Cukru trzcinowego | Miedzi | Cukru trzcinowego |
|------------|-------------------|------------|-------------------|------------|-------------------|------------|-------------------|
| miligramów | procentów | miligramów | procentów | miligramów | procentów | miligramów | procentów |
| 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 |

*) Z przepisów wykonawczych do ustawy o podatku od cukru dla Państwa niemieckiego z dnia 27. maja 1896.

T a b l i c a II *)

do obliczania procentowej zawartości cukru trzcinowego, odpowiadającej zawartości cukru inwertowego, z ilości miedzi, znalezionej przy gotowaniu przez 3 minuty.

| Miedzi | Cukru trzcinowego | Miedzi | Cukru trzcinowego | Miedzi | Cukru trzcinowego | Miedzi | Cukru trzcinowego |
|------------|-------------------|------------|-------------------|------------|-------------------|------------|-------------------|
| miligramów | miligramów | miligramów | miligramów | miligramów | miligramów | miligramów | miligramów |
| 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 | | |

*) Z przepisów wykonawczych do ustawy o podatku od cukru dla Państwa niemieckiego z dnia 27. maja 1896.

II.

W s k a z ó w k i

do

badania ilości kakaa w czekoladzie.

Czekolada jest mieszaniną masy kakaowej i cukru, z domieszką tłuszczu kakaowego albo bez tej domieszki. Przez „kakao w znaczeniu skarbowo-technicznym“ rozumie się sumę masy kakaowej i tłuszczu kakaowego, w czekoladzie zawartych. Ilość „kakaa w znaczeniu skarbowo-technicznym“, w czekoladzie zawartego, oznacza się na podstawie zupełnej chemicznej analizy, której przebieg opisany jest poniżej w ogólnych zarysach, podczas gdy o szczegółach metod powszechnie używanych poinformować się należy w dotyczącej literaturze ¹⁾.

Próbki, co do których badanie mikroskopiczne lub przebieg rozbioru chemicznego wykaże ²⁾, że są fałszowane (np., że zawierają za dużo skorupiek, są zmieszane ze skrobią itd.), lub że skład ich jest nie-normalny, należy odesłać do c. k. Doświadczalni rolniczo-chemicznej w Wiedniu w celu zbadania. Co do próbek, które nie wykazują nadzwyczajnych właściwości, zadaniem analityka będzie oznaczyć: cukier trzcinowy, tłuszcz, wodę, popiół i azot. Przebieg badania jest następujący:

¹⁾ König: Die menschlichen Nahrungs- u. Genussmittel, tom II, nakł. III, rozdział „Cakao und Chocolate“ i r. n.

Bujard & Baier: Hilfsbuch für Nahrungsmittel-chemiker, wyd. II, str. 227 i n.

Elsner: Praxis des Chemikers, wyd. VII, str. 475 i n.

²⁾ Zwyczajne składniki masy kakaowej są następujące:

Trzy do pięć od sta wody, 2-1—2-5 od sta azotu, 49—55 od sta tłuszczu (t. zn. w przybliżeniu 50 od sta), 3—4 od sta popiołu. Liczba jodowa tłuszczu 32—38, liczba zmydlania tłuszczu 190—204, punkt] topliwości tłuszczu 30—33-5 stopni, liczba refraktometryczna przy 40° C. 46—48 stopni.

1. Przygotowanie próbki i badanie mikroskopiczne.

Większą ilość czekolady trze się mialko na tarku, jak to opisano w instrukcyi I pod A, ustęp II, l. 3, a wymieszawszy ją należyście, wysypuje się w naczynie, dające się szczelnie zamknąć. W celu badania mikroskopicznego, które należy nasamprzód wykonać, oczyszcza się małą ilość mączki czekoladowej z tłuszczu zapomocą wymywania jej w sączku eterem. Pod mikroskopem sprawdzić należy przede wszystkim, czy próbki nie zawierają obcej skrobi i nadmiernej ilości składowych części skorupiek. Do dokładniejszego badania służyć może także pozostałość, uzyskana przy oznaczaniu tłuszczu (ob. opis poniższy).

2. Cukier trzcinowy.

Zawartość cukru trzcinowego oznacza się według przepisu, podanego w instrukcyi I pod A, rozdz. II, l. 3.

3. Tłuszcz.

Oznaczenia ilościowego dokonuje się wprost, zaś badanie jakościowe odbywa się zapomocą liczby zmydlania, liczby refraktometrycznej i jodowej, tudzież punktu topliwości.

10 g czekolady suszy się przez 2—3 godziny w suszarce wodnej, a następnie ekstrahuje się ją w przyrządzie Soxleta bezwodnym eterem. Tłuszcz pozostały po wyparowaniu eteru suszy się mniej więcej przez 2 godziny aż do stałego ciężaru i odważa się go. Oznaczenie to należy wykonać podwójnie.

Tłuszcz uzyskany przy oznaczaniu, o którym tutaj mowa, może być użyty bezpośrednio w kolbecie ekstrakcyjnej do obliczenia liczby zmydlenia, a to w ten sposób, że takowy rozgrzewa się z 25 cm³ półnormalnego alkoholowego ługu potasowego przez 15 minut w łaźni wodnej i oznacza się zapomocą miareczkowania półnormalnym kwasem solnym ilość miligramów KOH, zużytych na 1 g tłuszczu.

W celu oznaczenia liczby refraktometrycznej i punktu topliwości, należy tłuszcz przy ekstrakcji uzyskany jeszcze raz stopić i zapomocą przesączania wyklarować. Przetapianie odbywa się w refraktometrze Zeiβa przy 40° C. W celu oznaczenia punktu topliwości daje się małą ilość tłuszczu do rurki włoskowatej, u dołu otwartej i nie za wąskiej, zostawia się go tam najmniej 2 dni, a rurkę samą przytwierdza się następnie zapomocą pierścienia kauczukowego obok naczynka rtęciowego termometru. Termometr ten zanurza się w naczyniu z wodą, którą ogrzewa się powoli, mierzając od czasu do czasu. W chwili, w której słupek tłuszczu stopił się do przejrzystości i idzie do góry, należy odczytać temperaturę.

Liczbę jodową tłuszczu znajduje się w znany sposób, biorąc do tego mniej więcej 0.8 g substancji, a to przez działanie roztworu jodowego Hübla na tłuszcz w chloroformie rozpuszczony i przez miareczkowanie jodu wolnego zapomocą tiosiarkanu sodowego.

4. Woda i popiół.

5 g czekolady suszy się w miseczce platynowej w suszarce wodnej, oznacza się ubytek na wadze, odpowiadający zawartości wody, a następnie spopiela się ostrożnie substancję w tej samej miseczce.

5. Azot.

Ilość azotu oznacza się w mniej więcej w 3 g substancji według metody Kjeldahla zapomocą gotowania z 25 cm³ zagęszczonego kwasu siarkowego i z 2 kroplami rtęci metalicznej.

6. Obliczanie zawartości kakaa.

W normalnych warunkach, t. zn. jeżeli czekolada nie jest ani sfalszowana ani skład jej nie jest niezwyčajny, można ilość zawartego w niej kakaa, obliczyć wprost z różnicy między wagą czekolady Ch a znalezionym w czekoladzie cukrem Z , a więc:

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

„Zawartość kakaa w pojęciu skarbowo-technicznym“ C składa się jednak z drugiej strony z użytej masy kakaowej Cm , którą można wprost oznaczyć, i z „przydanego tłuszczu kakaowego“ Cf , który również może być bezpośrednio oznaczony.

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

„Użytą masę kakaową“ Cm oblicza się z ilości czekolady przez potrącenie sumy cukru Z i tłuszczu F i pomnożenie przez 2, a więc:

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

„Przydany tłuszcz kakaowy“ Cf oblicza się z ogólnej ilości tłuszczu F przez potrącenie tłuszczu, zawartego w normalnej masie kakaowej $\frac{Cm}{2}$.

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

Jeżeli się ma do czynienia z czekoladą o składzie normalnym, w takim razie zawartość „kakaa“ obliczona z zawartości cukru według formułki (1), zgadzać się winna przynajmniej w przybliżeniu z zawartością, znalezioną według formułki (2) na drodze czysto analitycznej. Jeżeli tak nie jest, lub jeżeli sprawdzenie daje powód do zarzutu urzędowego, w takim razie dotyczące próbkę odesłać należy podobnie, jak to się powiedziało o przypadkach na wstępie wzmiankowanych, do c. k. Doświadczalni rolniczo-chemicznej w Wiedniu.

III.

W s k a z ó w k i

do

oznaczania zawartości niezmienionego alkoholu w perfumach, esencyach itp.

(Ułożone przez Dra Franciszka Freyera, urzędnika c. k. Doświadczalni chemiczno-rolniczej w Wiedniu.)

50 cm^3 płynu, który ma być badany, odparowuje się w niusieczce platynowej lub szklanej na łaźni wodnej:

1. Po wyparowaniu osadza się znaczniejsza pozostałość stała lub płynna.

100 cm^3 (mierzonych przy 15° C.) zaprawia się mniej więcej 100 cm^3 wody i $\frac{3}{4}$ części tego roztworu oddestylowuje się. Destylat zbiera się w kolbkę o pojemności 200 cm^3 i postępuje się z nim dalej według punktu 3.

2. Pozostałości niema. 100 cm^3 odmierza się w kolbce o pojemności 200 cm^3 , dolewa się wody prawie do kreski, zakłóca się przez wywijanie kolbką i postępuje dalej według punktu 3.

3. Kolbkę o pojemności 200 cm^3 , napełnioną prawie do kreski, ochładza się na 15° C., dopełnia się równo do kreski i zakłóca się jeszcze raz należycie, przyczem nie powinna już więcej nastąpić istotna zmiana objętości lub znaczniejsze rozgrzanie; następnie 50 cm^3 tego płynu w rurce szklanej, podziałką opatrzonej, zaprawia się mniej więcej 10 cm^3 eteru naftowego, odczytuje się stan płynu alkoholowego dokładnie (przy 15° C.), rurkę zaś zatyka się i przewraca się ją kilka razy w celu zakłócenia płynu. Silniejszego wstrząsania należy unikać, ponieważ eter naftowy łatwo tworzy emulsję, skutkiem czego oddzielenie obu warstw płynu od siebie jest połączone z wielką trudnością. Po zupełnem osadzeniu się płynu odczytuje się (przy 15° C.) zmniejszenie objętości, a pomnożywszy takowe przez 4, otrzymuje się zmniejszenie objętości „a” dla 200 cm^3 . Przeważnie 100 cm^3 próbki pierwotnej rozcieńczono nie na 200, lecz na (200—*a*) cm^3 ; resztę z tych 200 cm^3 daje się do rozdzielacza

(lejka z kurkiem) i przetrząsa się ją równie z mniej więcej 50 cm^3 eteru naftowego. Tych 50 cm^3 , które znajdują się w rurce podziałką opatrzonej, można po odczytaniu dolać napowrót do masy głównej w rozdzielaczu.

4. Płyn przetrząsnięty bada się tylko co do obecności estrów (eterów owocowych), a to w ten sposób, że 25 cm^3 takowego zobojętnia się dokładnie przez przydanie fenoloftaleiny, a dodawszy półnormalnego alkoholowego ługu potasowego, zostawia się ją przez 12 godzin pod zamknięciem. Następnie miareczkuje się powrotnie zapomocą półnormalnego kwasu i z różnicy zużytego kwasu w stosunku do miana ługu potasowego alkoholowego, oznaczonego w taki sam sposób, oblicza się zawartość estrów z uwzględnieniem stopnia rozcieńczenia i wyraża się ją jako octan etylowy. Jeżeli zawartość ta wynosi więcej jak 1 od sta, natenczas przetrząsnięcie powtórzyć należy jeszcze 3 do 4 razy nowym eterem naftowym. Gdy chodzi o wódkę kolońską itd., można zaniechać badania co do estrów i postępować zaraz według punktu 5.; jeżeli natomiast chodzi o esencje rumu, należy je już z góry 3 razy przetrząsnąć, poczem dokonuje się oznaczenia ilości estrów i przetrząsa się w razie potrzeby dalej, dopóki zawartość estrów nie spadnie poniżej 1‰.

5. Ciężar gatunkowy płynu alkoholowego, otrzymanego według przepisów punktu 3 i 4, oznacza się zapomocą piknometru, a odpowiadającą mu zawartość alkoholu w procentach objętości. Pomnożywszy tę zawartość przez $\frac{200-a}{100}$, otrzymuje się zawartość alkoholu próbki pierwotnej.