



СЛУЖБА

НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАЦИЈА

1830

Službeni listik za

Makedoniju

1980, Skopje

Jan 21

2

СЛУЖБЕН ЛИСТ НА СФРЈ" излегува во издание на српскохрватски односно хрватско-српски, словенечки, македонски, албански и унгарски јазик. - Огласи според тарифата - Жиро сметка кај Службата на општественото книговодство 60902-603-21943

Понеделник, 2 м.

БЕЛГРАД

БРОЈ 15

ГОД. XLIII

Издание излезло на 15 дека. - Редакција
Улица Јована Ристика бр. 1. Пошт. факс 226. -
Телефони: Централна 650-155; Уредништво
651-885; Служба за претплата 651-732; Телекс
11756

246.

Член 8

Врз основа на член 32 став 1 од Законот за стандардизацијата („Службен лист на СФРЈ”, бр. 38/77 и 11/80), во согласност со претседателот на Сојузниот комитет за земјоделство и претседателот на Сојузниот комитет за труд, правство и социјална заштита, директорот на Сојузниот комитет за стандардизација пропишува

Земање мостри на добиточна храна во производството и прометот мора да се изврши така што секоја единица на производ да има иста можност да биде избрана како земена мостра.

Начинот на земање мостра мора да биде ист во производството и во прометот.

ПРАВИЛНИК

ЗА МЕТОДИТЕ НА ЗЕМАЊЕ МОСТРИ И МЕТОДИТЕ НА ФИЗИЧКИ, ХЕМИСКИ И МИКРОБИОЛОШКИ АНАЛИЗИ НА ДОБИТОЧНАТА ХРАНА

Член 1

Контрола на квалитетот на добиточната храна, во согласност со овој правилник, се врши на мостри за испитување земени според методите што се пропишани со овој правилник.

Член 2

Методи со кои се врши контрола на квалитетот на добиточната храна се:

- 1) метод на земање мостри;
- 2) метод на физички и хемиски анализи;
- 3) микробиолошки метод.

Член 3

Со методите на земање мостри на добиточна храна утврдуваат постапките и начинот на земање мостри чиј квалитет се контролира.

Член 4

Со методите на физички и хемиски анализи се утврдуваат условите и постапките за приготвување на лабораториска мостра и физичка и хемиска анализа на добиточната храна, заради проверка на физичките својства и хемискиот состав на тие производи.

Со микробиолошките методи се утврдува содржината на антибиотици во добиточната храна.

Член 5

Во извештајот за физичката и хемиската анализа мора да бидат прикажани резултатите утврдени со примена на методи на физички и хемиски анализи пропишани со овој правилник.

Резултатите се даваат како аритметичка средина од малку две определувања кои, истовремено или непосредно едно по друго, ги извршил ист аналитичар во иста лабораторија.

МЕТОДИ НА ЗЕМАЊЕ МОСТРИ НА ДОБИТОЧНАТА ХРАНА

Член 6

Земање мостри на добиточна храна, сообразно со овој правилник, мора да изврши стручно лице.

Член 7

Земање мостри на добиточна храна се врши:
- во производството, на производствена партија или дел од производствена партија;
- во прометот, на единици на пратка.

Член 9

Мострата мора да претставува просечен состав на целокупната количина на производот од кој се зема мостра.

Член 10

Под испорака (пратка) на добиточна храна се подразбира определена количина на добиточна храна подготвена за пуштање во промет.

Член 11

Под партија на добиточна храна се подразбира количина на ист производ на определена испорака која има ист квалитет.

Член 12

Под поединечна (основна мостра) се подразбира помала количина на производи земена од едно место на партијата.

Серија на поединечни мостри мора да биде земена од различни места од производствената партија.

Член 13

Под заедничка (збирна мостра) се подразбира збир на соединети и грижливо измешани поединечни мостри на една партија.

Член 14

Под просечна мостра се подразбира мостра што се добива со редуција на заедничката (збирна) мостра и служи за лабораториско испитување.

Член 15

Бројот на единици на земената мостра зависи од видот на производот, масата односно зафатнината на производот и количината на пратката.

Член 16

Поединечни мостри од зрнеста, брашнеста и слична добиточна храна што се испорачува или се складира во ринфузна состојба се земаат:

- 1) од вагон, камион и сл., најмалку од осум места рамномерно распоредени по површината, и тоа: од врвот, од средината и од дното;
- 2) од шлепови и бродови за време на натовар односно растовар, на начинот од став 2 на овој член;
- 3) од склад, на растојание најмногу од два метра помеѓу одделни места на сондирање, со тоа што од горниот и од долниот слој се зема ист број на мостри кога височината на складираната маса не е поголема од 0,75 m, а од горниот, средниот и долниот слој-кога височината на складираната маса е поголема од 0,75 m.

При пневматски натовар или растовар на ринфузен материјал мостри се земаат во исти временски растојани-

ја, на најзгодните работни места со издвојување на поединечни мостри приближно во исти количини.

Член 17

Поединечни мостри од брикетирана добиточна храна и од маслени погачи се земаат како и за зрнести хранива, со таа разлика што од брикетите и погачите се зема по еден дел, а поситно пресувани форми (коцкички, палети, гранули) се третираат како зрнести и слични хранива.

Член 18

Поединечни мостри на добиточна храна што е спакувана во вреќи без оглед на големината на вреќата, се земаат од врвот, од средината и од дното на вреќата.

Член 19

Бројот на земените поединечни мостри зависи од големината на испораката.

Ако испораката во ринфузна состојба односно единицата на испорака или партијата на производи не изнесува повеќе од 10 тони, се земаат најмалку 20 поединечни мостри чија вкупна маса мора да изнесува најмалку 3 до 5 kg.

Од секоја следна или започната количина од 10 тони добиточна храна се земаат уште по 2 kg во поединечни мостри.

Кога добиточната храна е пакувана во вреќи, поединечни мостри се земаат, и тоа:

- од партија до 20 тони од секоја десетта вреќа, земена по слободен избор, а над таа количина - од секоја дваесетта вреќа;

- за количини на добиточна храна помали од 10 тони - поголеми поединечни мостри, така што нивната маса да изнесува 3 до 5 kg;

- за количини на добиточна храна до 500 kg поединечни мостри од секоја вреќа.

Член 20

Сите поединечни мостри се ставаат во соодветен чист и сув сад, а брикетираниите и пресуваниите хранива претходно добро се иситнуваат и се измешуваат во заедничка мостра.

Член 21

Кога е во прашање пневматски транспорт една заедничка мостра се формира од количина до 100 тони.

Кога се во прашање транспорт со брод односно други видови и начини на испорака, една заедничка мостра се формира од количина до 30 тони.

Член 22

Со редукција на заедничката мостра се добиваат просечни мостри за анализа.

Заедничката мостра се става на рамна и чиста подлога и се оформува во пирамида која со притиснување одозгора ќе се зарамни. Добисената порабена пирамида дијагонално се поделува на бочни страни и се издвојуваат најмалки сегменти. Со издвоената количина се постапува на ист начин сè додека од заедничката мостра не се добие маса од 3 до 5 kg.

На тој начин добиената маса на мостра се дели на три просечни мостри за анализа чијашто маса мора да изнесува најмалку 1 kg.

Член 23

Просечна мостра за лабораториско испитување мора да се подготви најмалку во два примерока, во количина која е потребна за физички, хемиски и микробиолошки анализи, со тоа што сите единици на лабораториската мостра мораат да бидат идентични по состав, а приближно еднакви по маса. Од земените мостри една единица на мостра доставува на анализа стручното лице што ја зема мострата, додека другата единица на мострата служи за суперанализа.

На барање од претставникот на организацијата на здружен труд мора да се земе и трет примерок, кој му се доставува на располагање на тоа лице.

Член 24

Мострите се пакуваат во чисти и суви садови од стадо, поцинкуван лим алуминиум, пластичен или друг згоден материјал кој не оксидира и не влијае врз промената на составот и квалитетот на земените мостри и кои можат да се затворат.

Садовите со просечна мостра се осигуруваат со капа, со кој се фиксира и посебен картон со декларација (приврзок, етикета).

Краевите на капаот се зацврстуваат со печатарски восок со цел оригиналната мостра да се обезбеди, односно да се оневозможи отворање на мострата без повреда и оштетување на печатот и пакувањето.

Член 25

Кога ќе се заврши земањето на мостри, се составува записник, кој го потпишуваат лицата што земале мостри.

Записникот мора да ги содржи сите забелешки за состојбата во која производот се наоѓа во моментот на земањето мостра при што се назначуваат видливите траги и оштетувања настанати во склад односно силос или оштетувањата настанати во текот на манипулацијата во брск или во некое друго превозно средство.

Во записникот се наведува и начинот на земање мостри и сите околности што можат да влијаат врз нивното земање.

Член 26

Кон секоја мостра за испитување мора да се приложи записник за земање мостра и декларација на производителот. Во записникот се запишуваат следните податоци:

- 1) назив на хранивото;
 - 2) превозно средство и негова ознака (број);
 - 3) назив на местото од кое е испорачано;
 - 4) назив на местото во кое е упатена испораката;
 - 5) датум на втасувањето на испораката;
 - 6) количина на добиточната храна;
 - 7) број на вреќата или ознака „ринфузно“;
 - 8) ознака за идентификацијата или бројот на партијата;
 - 9) фирма односно назив и седиште на производителот односно испорачувачот;
 - 10) датум на завршувањето на товарот односно растварот;
 - 11) поблиска ознака на местото и датумот на земање мостра;
 - 12) потпис на лицето што ја зело мострата.
- Податоците во декларацијата мораат да бидат небришливи.

Член 27

Земените просечни мостри се испраќаат на испитување веднаш или најдоцна 48 h по земањето на мострите. За земената мостра мора да се состави записник.

Просечните мостри се чуваат најмалку 60 дена.

Член 28

За земање мостра се користат сонди со цилиндрична форма со разни големини кои се состојат од една цевка сонди со две цевки (сонди со оддели).

Сонда со оддели (сл. 1 во прилогот) се употребува каде каде мостри се земаат од хранива во ринфузна состојба, и мирување. Таа се состои од две концентрични цевки што влегуваат една во друга.

Надворешната цевка на горниот крај има двокарактерна дршка, отвор по должината на целата цевка и отвори што им одговараат на малите оддели во внатрешната цевка. Внатрешната цевка има еднокрака дршка и неколку отвори по целата должина. Одделите во цевката оневозможуваат производот во нив да се меша.

Сондите за земање мостри од вреќи се цилиндрични од полиран метал. На врвот имаат заострен дел за пробивање, чија што должина изнесува најмалку 25 cm. Сондите можат да бидат направени од една цевка (сл. 2 во прилогот) или од две цевки што влегуваат една во друга (сл. 3 и прилогот) како сонда со оддели. Големината на прорезот на сондите изнесува најмалку една третина од површината на цилиндарот.

МЕТОДИ НА ФИЗИЧКИ, ХЕМИСКИ И МИКРО-БИОЛОШКИ АНАЛИЗИ НА ДОБИТОЧНА ХРАНА

Член 29

Методи на физички, хемиски и микробиолошки анализи со кои се испитува квалитетот на добиточната храна е:

- 1) подготвување на лабораториска мостра;
- 2) определување на мирзбата;
- 3) определување на количината на примесите;
- 4) докажување на заразеноста со штетници;
- 5) определување на зафатнинската маса;
- 6) определување на содржината на влага;
- 7) определување на сурови протеини;
- 8) определување на амонијачен азот;
- 9) определување на уреа – спектрофотометриски метод;
- 10) определување на казеин;
- 11) определување на лактоалбумин;
- 12) определување на сурови масти;
- 13) определување на слободни масни киселини;
- 14) определување на киселински степен;
- 15) определување на рН вредност;
- 16) определување на сурова целулоза;
- 17) определување на скроб;
- 18) определување на суров пепел;
- 19) определување на пепел нерастворлив во хлороводородна киселина;
- 20) определување на безазотни екстрактивни материи;
- 21) определување на хлорид;
- 22) Определување на натриум хлорид;
- 23) определување на органолептичките својства на јодирана сол за добиточна храна;
- 24) определување на вода во јодирана сол (хигроскопна и кристална);
- 25) определување на материи нерастворливи и растворливи во вода во јодирана сол;
- 26) определување на натриум и калиум;
- 27) определување на калциум-комплексометриски метод;
- 28) определување на магнезиум;
- 29) определување на вкупен фосфор – спектрофотометриски метод;
- 30) определување на сулфур;
- 31) определување на хлор;
- 32) определување на јод;
- 33) определување на микроелементи – спектрофотометриски метод;
- 34) определување на манган – спектрофотометриски метод;
- 35) определување на кобалт – спектрофотометриски метод;
- 36) определување на железо – спектрофотометриски метод;
- 37) определување на цинк – спектрофотометриски метод;
- 38) определување на бакар – спектрофотометриски метод;
- 39) определување на каротин (брза постапка);
- 40) определување на каротин и ксантофил во свежи и суви мостри од растително потекло;
- 41) определување на витамин А;
- 42) определување на витамин Е;
- 43) определување на микотоксини;
- 44) определување на активноста на антибиотиците со микробиолошки методи на Петриеви шоли (метод на дифузија);
- 45) определување на окситетрациклин-хидрохлорид (ОТС HCl);
- 46) определување на хлортетрациклин-хидрохлорид (СНТС HCl);
- 47) определување на олеандомицин;
- 48) определување на бензатин пеницилин G;
- 49) определување на цинк бацитриацин;
- 50) определување на тилозин;
- 51) определување на неомизин;
- 52) определување на виргиниамицин.

Член 30

Методите на физички, хемиски и микробиолошки анализи за контрола на квалитетот на добиточната храна се отпечатени кон овој правилник и претставуваат негов составен дел.

Член 31

По испитувањето на производите се составува записник-извештај за испитувањето во кој се наведува применетиот метод, добиениот резултат и условите за испитување, како и околностите што можеле да влијаат врз резултатот.

Записникот за испитувањето мора да ги содржи сите податоци за потполна идентификација на производот.

Член 32

Овој правилник влегува во сила по истекот на три месеци од денот на објавувањето во „Службен лист на СФРЈ“.

Бр. 50-18593/1
20 декември 1984 година
Белград

Директор
на Сојузниот завод за
стандардизација,
Букашин Драгоевиќ, с. р.

МЕТОДИ НА ФИЗИЧКИ, ХЕМИСКИ И МИКРОБИОЛОШКИ АНАЛИЗИ НА ДОБИТОЧНА ХРАНА

1. ПРИГОТВУВАЊЕ НА ЛАБОРАТОРИСКА МОСТРА

Лабораториска мостра односно мостра за анализа се добива од просечната мостра со редукција и иситнување, со евентуално сушење и одмастување, зависно од видот на добиточната храна.

Одредбите од став 1 се однесуваат на кабаста хранива, концентрати, жита, зрна на легуминози и слични производи.

Реагенси

За подготвување на лабораториска мостра се користат следните реагенси и дестилирана вода:

- 1) диетил-етар безводен, без пероксид ($S_{20} = 0,720 \text{ g/ml}$, со точка на вриење од 34 до 35°C);
- 2) n-хексан;
- 3) дијатомејска земја.

Прибор

За подготвување на лабораториска мостра се користат следниот прибор:

- 1) направа за делење на мострата (разделувач);
- 2) сечач;
- 3) ножици;
- 4) прекрупач;
- 5) стружач;
- 6) механичка мешалка;
- 7) аван или куглична мелница;
- 8) мелница со сито со отвори големи 0,5 mm;
- 9) аналитичка вага;
- 10) сушилница со вентилатор и со регулација на температурата;
- 11) плиток сад од алуминиум.

Определување

Делење на просечна мостра

Со помош на направата за делење просечната мостра се поделува на два дела. Кабаста и свежа храна што не може да се дели со направа се дели рачно, и тоа така што целата просечна мостра се става на рамна и сува подлога,

а потоа се распоредува во форма на круг или купа. Така подготвената мостра се поделува по дијагонала на четири дела, па два спротивни оддела се соединат во првиот дел на мострата (А), а другите два во вториот дел од мострата (В).

Ако мострата е голема, а тоа го дозволува нејзината хомогеност, мострата (В) може пред иситнувањето уште еднаш да се подели (при што вториот дел се отфрла), така што се сведува на маса од 100 до 500 g.

Дел од мострата (А) се користи за анализи што се изведуваат на непроменлив материјал (анализа со просејување, анализа на органски киселини, на рН вредност и други анализи), а се чува и како резерва до крајот на анализата.

Дел од мострата (В), директно или по претходно сушење или одмастување, се иситнува и се употребува за хемиски анализи.

При делењето се води сметка за тоа да не дојде до измена на мострата и до промена на содржината на влага.

Просечните мостри од кабата храна (сено, силажа, свежа трева, кочани од пченка и сл.) пред делењето ќе се исечат на пократки парчиња за да се добијат делови еднакви по количина и идентични во поглед на составот.

Подготвување на мостра со висока содржина на влага

Добиточната храна со висока содржина на влага тешко се меле, е неопходно мострата за анализа посебно да се подготви со сушење. Тоа сушење мора да се изведува во две фази.

Во првата фаза, подготвената мостра се внесува во сушилница во која температурата е од 60 до 70°C и циркулацијата на воздухот е засилена (вграден вентилатор или отворена врата). Таквото сушење трае додека содржината на влага не се сведе на 7 до 10%. Потоа мострите се вадат од сушилницата и во отворени садови во кои се сушени се оставаат најмалку 1 h на собна температура. За тоа време се постига рамнотежна влажност. Следната постапка е мелење на така исушените мостри и пренесување во садови кои добро се затвораат, со што се оневозможува натамошно зголемување на влагата.

Врз основа на загубата на маса во текот на првата фаза на сушењето односно постигањето рамнотежна влажност, се пресметува содржината на влага или на материјала сушена со воздух. (VSM).

Во втората фаза мострата се суши до постигање константна маса, во сушилница на температура од 105°C според методот за определување на содржината на влага во добиточната храна.

Количината сува материја во оригиналната мостра во процент на маса се пресметува според формулата:

$$SM = \frac{VSM \cdot SM'}{100}$$

каде што е:
SM - сува материја во оригинална мостра, во проценти;

VSM - со воздух сушена материја, во процент на маса, определена при подготвувањето на мострата;

SM' - сува материја определена на 105°C со воздух сушена материја, во процент на маса.

Аналитичките податоци, определени подоцна во исушен и сомелен материјал, се пресметуваат на оригиналната мостра со множење со конверзиониот фактор $F = SM'/SM$

Забелешка: Со овој метод понекогаш треба да се исушат и мостри од сено.

Иситнување на мостра

Мостра со ниска содржина на влага, (дел В) цела се иситнува по делењето на просечната мостра.

Мостра со висока содржина на влага по сушењето и мерењето се соединува и се меле.

Мострите се иситнуваат така што сите частички поминуваат низ сито со големина на отворот 0,5 mm. За специјални анализи, каде што масите што се мерат се помали од 1 g, репрезентативниот дел на така иситнетата мостра и натаму се ситни, така што сите частички на мострата да поминат низ сито со големина на отворот 0,1 mm.

Иситнувањето се врши во аван или во лабораториски мелница што е можно побргу, со што помалку излага на мострата на воздух, кое би можело да предизвика дозволено загубување или зголемување на влагата.

Забелешка: Можноста за загубување на испарливи материји е поголема при просејување на мостра иситнетата на мелница отколку рачно, што при анализата мора да се земе предвид.

Иситнетата мостра добро се промешува и се пренесува во сад кој не кородира и кој може добро да се затвори. Се чува на суво, ладно и темно место, на собна температура и служи за хемиска анализа.

Мостри со висока содржина на маст и други мостри

Ако поради висока содржина на маст мострата не може добро да се сомеле, таа грубо ќе се сомеле во погодна мелница, ќе се издоби или истружи. Мострата ќе се измери според постапката за подготвување на мостра со висока содржина на влага, со точност од 0,1 g, и најпрво ќе се исуши, а потоа ќе се екстрахира со диетилетар или со п-хексан. Растворот, со растворената маст се собира во одмерна тиквичка, а растворувачот ќе се предестилира и, по сушење од 1 h на температура од 103°C, точно ќе се утврди количината на маст.

Мострата се остава неколку часа на воздух за да испари растворувачот и да прими рамнотежна количина на влага, потоа ќе се измери и иситни, а потоа ќе се употреби за анализа.

Резултатите мораат да се пресметаат на почетниот материјал, со множење на конверзиониот фактор $f = m_0/m_1$,

каде што е:

m_0 - маса на оригиналната мостра за сушење и одмастување, во грамови;

m_1 - маса на мострата одмастена и сушена на собна температура, во грамови.

При определувањето на маста во мострата се земат предвид и количината на маст определена при подготвувањето на мострите.

Мострите што тешко се сушат поради слој на маст што ја покрива влажната површина пред сушењето треба да се помешаат со определена количина дијатомејска земја или кварцен песок. Количината на дијатомејската земја или на кварцниот песок зависи од содржината на вода и маст.

Забелешка: Дијатомејската земја и кварцниот песок се однесуваат како инертен материјал и се определуваат како дел од пепелот.

Резултатите од оваа анализа мораат да се коригираат спрема количината на додадената дијатомејска земја или кварцен песок.

Анализа на меласа се врши на свежи мостри.

Шекерна репка, компири и слични производи ќе се изрежат на ситни делови и ќе се исушат. Ако постојат соодветни уреди, можат и да се хомогенизираат до каша, кој директно се зема за поединечни определувања. Ако количината на сува материја е мала а хомогеноста слаба мострата мора да се зголеми.

При сушењето на мостра од силажа според постапката за подготвување на мостра со висока содржина на влага, освен вода, се губат и другите испарливи материји, при определувањето на сува материја мора да се врши корекција според образецот.

$$SM_k = SM + (OS + PR + MA)$$

каде што е:

SM_k - коригирана сува материја, во проценти;

SM - сува материја, пресметана според постапката за подготвување на мостра со висока содржина на влага, во проценти;

OS + PR + MA - збир на оцетна, пропионска и путер на киселина, определена во оригиналната мостра во проценти.

Забелешка: При сушењето на мострата за да се спречи испарување на испарливи масни киселини што влијае врз резултатот на определувањето на сува материја, мостра

та по мерењето, пред сушењето, се навлажува со тенок млаз од 10%-тен раствор на натриумхидроксид. Количината на натриумхидроксид мора да биде позната и се зема предвид при пресметувањето на сувата материја.

2. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МИРИЗБАТА

Примена

Методот за определување на миризбата се применува за жита, легуминози и мелнички производи од жито и легуминози наменети за добиточка храна.

Определување

Околу 20 g мостра на жито или легуминози се собираат на потполно чиста лабораториска мелница, која мора да биде без миризба. Добриената прекрупа или иста количина на мелнички производи од жито или легуминози се пренесува во чаша, се прелива со топла вода чија температура изнесува 60°C, потоа водата се излива, а остатокот се испитува органолептички. Ако најмалку три од пет дегустатори утврдат некоја од туѓите миризби наведени во прописот за квалитетот на добиточната храна, ќе се смета дека тие миризби се утврдени.

3. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КОЛИЧИНАТА НА ПРИМЕСИ

Издвојување на метални примеси

Од просечната мостра ќе се измерат 100 g со точност од 0,01 g, ќе се рашират на плетка рамна површина (најдобро стаклена) во уедначен теној слој, висок најмногу до 0,5 cm, па со бавно движење на магнетот надолж и напреду, непосредно над површината на слојот, ќе се издвои металот од мострата, настојувајќи целата површина да биде зафатена со магнетското поле. Повремено од магнетот ќе се отстранат (дувнат) неметалните делови (брашно, трици и сл.), а деловите на метал ќе се симнат на хартија. Превлекувањето на магнетот преку мострата се повторува трипати. Пред секое превлекување испитуваната мостра ќе се измеша и израмни во тенок слој. Сите метални честички симнати од магнетот ќе се соберат на саатно стакло, ќе се измерат на аналитичка вага и нивната количина ќе се изрази во милиграми на 1 kg производ.

Магнетот што се користи за ова определување треба да се користи само за аналитички цели, а кога не се употребува, површините на обата пола на магнетот треба да бидат покриени со железна плочка дебела 10 mm. Магнетната сила на овој магнет треба да изнесува најмалку 1,2 N.

По издвојувањето на металните делови, мострата се испитува на други примеси.

Определување на други примеси

Мострата ќе се рашири на плоча, па сите примеси ќе се одвојат по видови, чијашто содржина е пропишана со Правилникот за квалитетот на добиточната храна. Секоја примеса посебно ќе се измери и содржината ќе се изрази во проценти. Исто така ќе се определи збирот на сите примеси, изразен во проценти.

Определување на минерални примеси

Во чиста и сува инка за одвојување ќе се стават 10 ml хлороформ и ќе се додадат 50 g мостра измерена со точност од 0,01 g, од која претходно се издвоени металните примеси и стаклото. Откако ќе се протресе неколку пати, течноста во инката за одвојување се остава да мирува 10 min. за да се издвојат минералните нечистотии и да паднат на дното. Тогаш нечистотиите ќе се испуштат во порцелански сад, претходно сушен 15 min. на температура од 130°C, и по ладењето, ќе се измерат со точност од 0,01 g. Нечистотиите се испуштаат со отворање на славината на инката неколку пати, при што славината се свртува за 360°C. Ако делчињата од нечистотијата се поголеми од отворот на славината, ќе се извадат со пинцета низ горниот отвор на инката и ќе се стават во сад со испуштените нечистотии; ќе се додаде малку хлороформ, се испарува на водена бања, се суши и жари еден час на температура од

550°C, се лади во ексикатор и ќе се измери со точност од 0,01 g.

Содржината на минерални нечистотии (x) освен стакло и метал, се пресметува според следната формула:

$$x = (a - b) \cdot 2$$

каде што e:

a – маса на садот со нечистотии, во грамови;

b – маса на садот во грамови.

Како резултат од определувањето се зема средната аритметичка вредност на резултатите од најмалку три определувања.

4. ДОКАЖУВАЊЕ НА ЗАРАЗЕНОСТ СО ШТЕТНИЦИ

Ќе се измери 0,5 до 1 kg мостра за испитување, ќе се просее низ сито со тркалезни отвори со пречник од 2 mm. Остатоците по просејувањето ќе се рашират во тенок слок на бела хартија или во широк сад и внимателно се оценуваат.

Во тие остатоци се утврдуваат присуството и видовите на покрупни живи штетници и нивни ларви (црви, брашнари, молци и др.), а во пропадат низ густо сито поситните штетници (ларви, јајца, делови и измети од молци, брашнари и др.). Тоа се утврдува така што на рамна подлога, под притисок на стаклена плоча или хартија просеаното брашно или трици се порамнуваат во тенок слој, дебел 1 до 2 mm и површината внимателно се набљудува. Појава на издадености и бразди по површината на брашното укажува на заразеност со крепули. Температурата на мострата при испитувањето треба да изнесува 15 до 18°C.

5. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЗАФАТНИНСКАТА МАСА

Принцип и примена

Методот се заснова врз определување на зафатнинската маса на житото изразена во kg/m³. Определувањето на зафатнинската маса се применува при испитување на жита и легуминози за добиточна храна.

Проверка на вагата

Пред почетокот на работата се проверува точноста на вагата така што на едната страна ќе се обеси мерниот цилиндар во кој се наоѓа клип, а на другата – тас за ставање на тегови. Потоа мерниот цилиндар се симнува од вагата и од него се вади клипот. Цилиндарот се става на постамент, а потоа низ неговиот прорез се вовлекува нож, на кој се става клипот. На мерниот цилиндар се зацврстува цевка за налевање. На тој начин вагата е подготвена за работа.

Определување

Мострата за испитување ќе се рашири по површина на масата и ќе се подели на четири дела. Потоа од секој квадрант со лопатка се зема еднаква количина на мостра и се става во цевката за налевање до врежената црта. Од растојание од 4 cm од врвот на цилиндарот се налева жито од цевката во цилиндарот со таква брзина што цилиндар со зафатнина од 0,250 l да се наполни за 8 секунди. Млазот на жито мора да паѓа во средината на цилиндарот, а житото не смее да се израмнува со работ на цилиндарот. Придржувајќи се кон мерниот цилиндар, ножот се извлекува бргу, но без потресување, при што клипот со мострата нагло паѓа на дното на мерниот цилиндар. Тогаш ножот повторно се вовлекува во прорезот, а цилиндарот се обесува на вагата и се мери.

Пресметување

Зафатнинската маса се изразува во kg/m³ и се пресметува така што вредноста прочитана во табелата ќе се помножи со 10.

6. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СОДРЖИНАТА НА ВЛАГА

Принцип и примена

Принципот се состои во определување на загубите на масата со сушење на мострата под посебни услови, завис-

но од природата на мострата и се изразува во проценти по масата.

Методот се применува за испитување на сите видови добиточна храна, освен за производи од млеко, минерални хранива и нивни смеси.

Апаратура и прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема, се користат следниот прибор:

- 1) аналитичка вага;
- 2) садови од не'рџосувачки метал или стакло со соодветен капак што добро се затвора;
- 3) електрична сушилница со регулатор на температурата;
- 4) електрична вакуум-сушилница;
- 5) ексикатор со ефикасно средство за сушење (како CaCl_2).

Подготвување на мостра

Зависно од видот на добиточната храна за определување на содржината на влага посебно се подготвуваат мостри како што е пропишано во методот 1 од овој правилник – подготвување на лабораториска мостра, и тоа:

- мостри со висока содржина на влага (повеќе од 17% m/m , и со ниска содржина на масло се сушат претходно;
- мостри со висока содржина на маст и со ниска содржина на влага претходно се одмастуваат;
- мостри со висока содржина на маст и со висока содржина на влага претходно се сушат и одмастуваат.

Определување

Садот со капак најпрво се суши 30 min. на температура 105°C и се мери со точност од 0,001 g. Во садот за сушење ќе се одмерат 5 g иситнета и хомогенизирана мостра со точност од 0,001 g и рамномерно ќе се распространат по дното на садот, а потоа се постапува како што е определено во натамошната постапка.

Забелешка: Кога се во прашање хранива во течна состојба или во форма на паста и хранива што содржат повеќе маст и масло се постапува на следниот начин: во садот се одмерува 10 g хомогенизирана мостра, со точност од 0,001 g, и се меша со исушен кварцен песок сè додека песокот целосно не ја апсорбира маста или маслото. Садот повторно ќе се измери со точност од 0,001 g, потоа ќе се стави во печка и ќе се постапи како што е определено во натамошната постапка.

Садот со мостра се става во загреана сушилница регулирана на температура од 105°C , а капакот покрај него. Садот се суши 4 h односно до константна маса, на температура од 105°C , а потоа се поклопува и се вади од сушилницата, се става во ексикатор, лади 45 минути и ќе се измери со точност од 0,001 g. Притоа се води сметка за тоа за време на мерењето мострата повторно да не се овлажи.

Сушењето се повторува при температура од 105°C , во текот на 2 h и мострата 45 min. се лади во ексикатор. Ако за тоа време на сушење загубата во маса на сушењето е поголема од 0,2%, значи дека настанале хемиски реакции односно загуба на сува материја, па во тој случај постапката за сушење се врши во вакуум-сушилница.

За хранива што содржат повеќе маст и масло сушењето се повторува при температура 105°C во текот на 30 min. Ако загубата во маса за време на тоа сушење е поголема од 0,1%, значи дека настанале хемиски реакции односно загуба на сува материја, па постапката се врши во вакуум-сушилница.

Постапка за сушење во вакуум-сушилница

Во претходно исушен сад со капак и измерен со точност од 0,001 g се одмерува 5 g мостра, со точност од 0,001 g, и рамномерно се распростира по дното на садот.

Садот со капакот покрај него се става во вакуум-сушилница загреана на температура од 80°C .

Притисокот ќе се намали на 13,33 kPa. Кога тој притисок ќе се постигне се прекинува работата на вакуум-пумпата. Мострата се суши 4 h на температура 80°C , до константна маса.

Притисокот во сушилницата внимателно се регулира спрема атмосферскиот притисок. По отворањето на сушилницата садот брзо се поклопува со капакот, се вади од печката и се става во ексикатор да се лади 45 min. и се мери со точност од 0,001 g. Потоа, садот со мострата се суши уште 30 min. во вакуум-сушилница на температура од 80°C и се мери. Разликата помеѓу две мерења не смее да биде поголема од 0,2%.

Пресметување

Содржината на влага, изразена во проценти на маса, се пресметува според формулата:

$$W = (m_a - m_b) \cdot \frac{100}{m_a}$$

каде што е:

m_a – маса на мострата, во грамови,
 m_b – маса на мострата по сушењето, во грамови.

Содржината на влага во мострата со висока содржина на влага и со ниска содржина на масло, во мостра со висока содржина на маст и со ниска содржина на влага и мостри со висока содржина на маст и со висока содржина на влага се пресметува по следната формула:

$$W_1 = \frac{(m_0 - m_1) - (m_2 - m_3) \cdot \frac{W}{100}}{m_0} \cdot 100$$

каде што е:

m_0 – маса на намалената мостра пред мелењето, во грамови;
 m_1 – маса на екстрахираната и исушена мостра по сушење на собна температура, во грамови;
 m_2 – маса на екстрахираната маст од намалена мостра, во грамови;
 m_3 – маса на аликвотниот дел од екстрахирана маст од намалена мостра, во грамови;
 W – содржина на влага изразена во проценти на маса на испитуваната мостра.

Забелешка: За мостри со висока содржина на маст и со ниска содржина на влага и за мостри со висока содржина на маст и со ниска содржина на влага ознаката m_3 мора да се замени со ознаката $10 m_3$.
 За мостри со висока содржина на влага и со ниска содржина на масло, ознаката m_3 мора да се замени со нула.

При сушење на мостри од силажа според постапката за подготвување на мостри со висока содржина на влага, освен вода се губат и други испарливи материји, па при определувањето на сува материја мора да се врши и корекција според образецот:

$$SM_k = SM - (OC + PR + MA)$$

каде што е:

SM_k – коригирана сува материја, во проценти;
 SM – сува материја во проценти, пресметана според постапката за приготвување на мостра со висока содржина на влага;

$OC + PR + MA$ – збир на оцетна, пропионска и пуртерна киселина определен во оригиналната мостра во проценти.

Освен по сметковен пат вистинската содржина на сува материја односно на влага може да се определи на тој начин што мострата по мерењето, а пред сушењето се натупува со определена количина 10%-тен натриумхидроксид. Додадената количина натриумхидроксид мора да се земе предвид при пресметката.

Како резултат од анализата се зема средната аритметичка вредност на две наспоредни испитувања ако се исполнети условите во поглед на повторливоста.

Повторливост

Разликата помеѓу резултатите на две паралелни определувања, кои се истовремени или едно по друго, и од ист аналитичар, не смее да биде поголема од 0,2% (m/m).

7. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СУРОВИ ПРОТЕИНИ

Принцип и примена

Методот се состои во разлагање на органската материја со сулфурна киселина во присуство на катализатор. Та разложената мостра и се додаваат алкални во вишок, а ослободениот амонијак се дестилира и титрира. Добрената соржина на азот се пресметува со факторот 6,25 на содржината на сурови протеини.

Со примена на овој метод не се добива разликата помеѓу протеинскиот и непротеинскиот азот. Ако е потребно определување на содржината на непротеинскиот азот се применува друг метод.

Реагенси и помошни средства

За определување на сурови протеини потребни се следните реагенси на чистотија *proanalysis* и дестилирана вода:

- 1) калиумсулфат, K_2SO_4 ;
- 2) сулфурна киселина, концентрирана, = 1,84 g/ml;
- 3) катализатори:
 - жива или живин II-оксид (HgO) или бакар II-оксид (CuO) или бакар II-сулфат ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
 - 4) парафински восок;
 - 5) сахароза;
 - 6) стандардни раствори:
 - ацетанилид (точка на топење 114 °C - содржи азот 10,37% m/m
 - триптофан (точка на топење 282 °C - содржи азот 13,37% m/m;
 - 7) натриумхидроксид 33% m/m;
 - 8) реагенси за преципитација на жива:
 - a) раствор на натриумтиосулфат: се раствораат 80 g натриумтиосулфат ($Na_2S_2O_5 \cdot 5H_2O$) во 1 000 ml вода;
 - b) натриум или калим хипофосфит;
 - 9) киселини што се применуваат за собирање на дестилати:
 - сулфурна киселина, $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ или 0,25 mol/l
 - борна киселина 40 g/l
 - 10) стандардни волуметриски раствори за титрација:
 - натриумхидроксид, $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$ или 0,25 mol/l;
 - сулфурна киселина, $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ или 0,25 mol/l;
 - 11) смеса на индикатори: се раствораат 2 g метил-црвен и 1 g метилен-син во 1 000 ml 95-ен етанол (V/V)
 - 12) лакмус харија;
 - 13) каменчиња за вриење или стаклени куглички со пречник од 5 до 7 mm.

Апаратура и прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема е потребен и следниот прибор:

- 1) аналитичка вага;
- 2) апарат за запалување;
- 3) апарат за дестилација и титрација;
- 4) одмерни тиквички со зафатнина од 100 ml;
- 5) Ерленмаер-тиквички, со зафатнина од 250 ml;
- 6) бирети;
- 7) пипети.

Приготвување на мостра

Се одмеруваат 0,5 до 2 g мостра (најдобро околу 1 g), со точност од 0,001 g, така што содржината на азотот да биде од 0,005 до 0,08 g. Кога мострата е нехомогена, се зема поголема количина мостра отколку што е предвидено и, ако премине 0,08 g азот, се зема поголема количина сулфурна киселина за прифаќање на дестилатот.

Определување

Одмерената мостра квантитативно се пренесува во кјелдал-шише со зафатнина од 800 ml и се додаваат 10 g калиумсулфат (што е доволно) ако како катализатор се користи жива или живин оксид или 15 g калиумсулфат ако како катализатор се користи бакар-оксид или бакарсулфат.

Се додава соодветна количина катализатор: 0,65 g (1 капка) жива или 0,7 g живин оксид за сите производи. Наместо жива или живин оксид можат да се додадат 0,3 g бакар-оксид или 0,9 до 1,2 g бакарсулфат пентрахидрат. Времето на дигестијата значително се продолжува при користење на бакарни соли, а живата има предност како катализатор кога содржината на протеин е поголема.

Потоа се додаваат 25 ml концентрирана киселина за првиот грам сува материја на мострата и 6 - 12 ml за секој следен грам сува материја за разлагање на скроб и маст е потребно 6 до 12 ml. Добро се проматкува за мострата комплетно да се навлажи. Потоа постепено се загрева за да се избегне пенење. Може да се додаде и средство против пенење како што е парафински восок. При загревањето, повремено се проматкува додека мострата не се јагленоса и додека не исчезне пареата, а потоа појако се загрева додека течноста не проврие. Загревањето е задоволително ако киселината, која врне се кондензира околу половината од грлото на кјелдал-шишето кое треба да се постави така што со вертикалата да прави агол од 30 до 45 °C. Кога течноста ќе стане бистра, загревањето се продолжува уште 1 h ако како катализатор се применува жива, или 2 h ако еден катализатор е бакар. Потоа мострата се лади и ако притоа разложената мостра се искристализира, за разлагање се користи поголема количина киселина за отколку што е наведено.

Во разложената мостра се додаваат 250 - 350 ml вода сосема да се растворот сулфатите, се проматкува и се остава да се олади. Со трипета се одмеруваат 25 ml $0,1 \frac{1}{2} H_2SO_4$ mol/l или $0,25 (\frac{1}{2} H_2SO_4)$ mol/l раствор на сулфурна киселина, зависно од очекуваната количина азот, се додаваат 100 - 150 ml вода и неколку капки мешан индикатор. Крајот на ладилникот се нурува во течноста најмалку 1 cm, и полека се додаваат 100 ml 35 %-ен натриумхидроксид во кјелдал-шишето.

Забелешка: Ако при дигестијата е користено повеќе киселина, пропорционално се зголеμουва и количината на натриумхидроксид.

Ако како катализатор се користи жива или живин оксид, натриумхидроксидот пред додавањето во шишето се меша со 25 ml натриумтиосулфат. Ако натриумтиосулфатот би се додал посебно, тиосулфатот реагира со киселината во шишето и создава водородсулфид, што дава погрешни резултати. Наместо тиосулфат може да се користи хипофосфит, при што не доаѓа до создавање на водородсулфид. По додавањето вода на запалената мостра пред додавањето на натриумхидроксид се додава 1 g хипофосфит во цврста форма, што е доволно за таложување на 1 g жива.

Шишето со мостра веднаш се спојува со дестилациониот апарат и се загрева така што 150 ml дестилат да поминат за 30 минути. При крајот на тој процес се проверува реакцијата на дестилатот со лакмус хартија. Ако е реакцијата алкална, времето на дестилација се продолжува. Крајот на кондензаторот се веди од течноста пред прекинувањето на дестилацијата за кондензаторот да не ја повлече течноста.

Ако течноста во текот на дестилацијата во прифатниот сад стане алкална, определувањето се повторува со додавање на соодветна количина киселина.

Алтернативно, дестилатот може да се собира во 100 ml или 250 ml борна киселина.

Титрација

Ако за собирање на дестилатот се користи сулфурна киселина, вишокот на киселина се титрира со $0,1 \text{ mol (NaOH)/l}$ или $0,25 \text{ mol (NaOH)/l}$ до промена на бојата од виолетова во зелена.

Ако за собирање на дестилатот се користи борна киселина, амонијакот се титрира со $0,1 \text{ mol} (\frac{1}{2} H_2SO_4)/l$ или

0,25 mg ($\frac{1}{2}$ H₂SO₄)/l сулфурна киселина додека бојата не се промени од зелена во виолетова. Се препорачува истовремена титрација на амонијакот во текот на дестилацијата бидејќи го олеснува определувањето на крајната точка. Крајната точка ја покажува промената на бојата на смесата на индикаторот.

Ако не е можна наспоредна титрација, таа треба да се изведе непосредно по дестилацијата, водејќи сметка за тоа температурата на дестилатот да не биде повисока од 25 °C. Под тие услови се одбегнува губење на амонијакот.

Слепа проба

Слепа проба се прави со 1 g сахароза.

Контролна проба

Контролната проба се приготвува така што се определува содржината на азотот во ацетанилидот или триптофанот со додавање на 1 g сахароза.

Супстанцијата за контролна проба се избира во однос на брзината на разлагањето на мострата што се анализира. Ацетанилидот лесно се разложува, додека разлагањето на триптофанот е многу потешко. Триптофанот се суши пред користењето.

Пресметување

1. Пресметување на содржината на азотот

Ако дестилатот е факан во сулфурна киселина, а количината на сулфурната киселина што е користена за факане на амонијакот во мострата е иста како и кај слепата проба, содржината на азотот во проценти е:

$$\frac{(V_0 - V_1) \cdot T \times 0,014 \cdot 100}{m} = 1,4 (V_0 - V_1) \cdot T m$$

каде што е:

- V₀ – број на милилитра натриумхидроксид потрошен за слепа проба;
- V₁ – број на милилитра натриумхидроксид потрошен при определувањето;
- T – моларитет на растворот на натриумхидроксид што се користи за титрација;
- m – маса на мострата во грамови.

Ако е дестилатот факан во борна киселина, содржината на азотот се изразува во проценти по маса и тоа:

$$\frac{(V_1 - V_0) \cdot T \cdot 0,014 \cdot m}{100} = \frac{1,4 (V_1 - V_0) \cdot T}{m}$$

каде што е:

- V₀ – број на милилитра сулфурна киселина потрошена за слепа проба;
- V₁ – број на милилитра сулфурна киселина потрошена за определување;
- T – моларитет на растворот на сулфурна киселина што се користи за титрација;
- m – маса на мострата во грамови.

Како резултат се зема аритметичката средина од две наспоредни определувања, ако се исполнети борањата во поглед на повторливоста. Резултатот се дава најмалку на 0,01 % (m/m).

2. Содржината на сурови протеини се добива со множење на содржината на азотот со факторот 6,25.

Повторливост

Разликата меѓу резултатите од две определувања на содржината на азотот што истовремено или непосредно едноподоруго ќе ги изврши ист аналитичар не смее да премине 0,03 % од апсолутната вредност кога содржината на азотот е до 3% (m/m) или 1% од релативната средна вредност кога содржината на азотот изнесува од 3 до 6%, и 0,06 од апсолутната вредност кога содржината на азотот е поголема од 6% (m/m).

Забелешка: За определување на содржината на сурови протеини можат да се користат автоматски или полуавтоматски уреди што работат врз принципот на Кјелдаловата метода.

8. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА АМОНИЈАЧЕН АЗОТ

Примена

Методот се применува за определување на амонијачен азот во добиточната храна.

Прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема е потребен и следниот прибор:

- 1) кјелдал-тиквичка со зафатнина од 750 ml;
- 2) апарат за дестилација со потребни делови;
- 3) бирета со зафатнина од 50 ml;
- 4) конична тиквичка (ерленмаер)

Реагенси

За определување на амонијачниот азот се користат следните реагенси:

- 1) магнезиумоксид, MgO;
- 2) раствор на сулфурна киселина, с ($\frac{1}{2}$ N₂SO₄) = 0, mol/l;
- 3) 0,5 % раствор метил-црвен во 96%-ен етанол.

Определување

Се мерат 5 до 10 g мостра и пренесуваат во шишет за дестилација, со зафатнина од 750 ml, во кое се додаваа 250 ml дестилирана вода и 3 g MgO. Дестилационото шише преку стаклената дестилациона крушка се поврзува со ладилникот и коничната тиквичка во која претходно со бирета се внесени 50 ml 0,1 mol (H₂SO₄)/l и додаден метил-црвен. Со благо загревање започнува дестилацијата кој трае додека во коничната тиквичка не се предестилираа околу 150 ml дестилат или додека со лакмус не се утврди дека дестилацијата на азотот е завршена.

На крајот дестилатот фатен во 0,1 mol (H₂SO₄)/l с титрира со 0,1 mol (NaOH)/l и количината на предестилираниот азот се пресметува на ист начин како и при определувањето на вкупниот азот.

Пресметување

Содржината на амонијачниот азот се изразува во проценти по маса од земената мостра (воздушно сушена) и се пресметува според формулата:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 0,0014 \cdot 100}{m} \%$$

каде што е:

- a – количина 0,1 mol ($\frac{1}{2}$ H₂SO₄)/l, употребена на почетокот на анализата во коничната тиквичка, во милилитри;
- b – количината 0,1 mol (NaOH) потрошена при титрацијата за неутрализирање на слободната сулфурна киселина, во милилитри;
- 0,0014 – количина на азотот која одговара на количина од 1 ml 0,1 mol ($\frac{1}{2}$ H₂SO₄)/l;
- m – масата на измерената мостра во грамови.

9. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА УРЕА – СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКИ

Принцип и примена

Определувањето на содржината на уреа се утврдува со спектрофотометриско мерење на апсорбанцијата на 42 nm и се применува за определување на уреата во крмниот смес и суровини за изработка на крмни смес.

Апарати и прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема се користат следниот прибор:

- 1) пипети;
- 2) одмерни тиквички, со зафатнина од 100 ml, 250 ml, 500 ml и 1000 ml;
- 3) водена бања;
- 4) спектрофотометар.

Реагенси

За определување на уреа се користат следните реагенси:

- 1) p - диметил-аминобензалдехид (DMAB): се раствораат 16 g реагенс DMAB во 1 l алкохол и се додаваат 100 ml хлороводородна киселина ($\rho_{20} = 1,19$ g). Растворот е стабилен еден месец. Со изработката на нов реагенс се приготвува нова баждарена крива;
- 2) раствор на цинк-ацетат: се раствораат 22 g $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{Zn} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ во вода, се додаваат 3 ml оцетна киселина и се дополнува со вода до 100 ml;
- 3) раствор на калиумфероцијанид: во вода се раствораат 10,6 g $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ во вода и се дополнува со вода до 100 ml;
- 4) активен јаглен;
- 5) фосфатен пуфер, pH7: се раствораат 3,403 g безводен KH_2PO_4 и 4,355 g безводен K_2HPO_4 посебно во по 100 ml свежа дестилирана вода. Тие два раствора се помешуваат и дополнуваат до 1 l со дестилирана вода;
- 6) уреа - стандарден раствор:
 - а) основен раствор, 5 mg/ml: се раствораат 5 g (мерено со точност 0,001 g) уреа во 1 l дестилирана вода;
 - б) работен раствор: се пипетираат 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 и 20 ml основен раствор во садови со зафатнина од 250 ml и се дополнува до цртата со фосфатен пуфер pH7. Тие раствори содржат од 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,0, 1,2, 1,4, 1,8 и 2,0, mg уреа/5 ml;
 - в) референтен стандард: како референтен стандард се користи работен раствор со концентрација на уреа 1,0 mg/1 ml. Растворот е стабилен една недела на температура пониска од 24°C.

Приготвување на стандардна крива

Во епрувета се отпипетираат по 5 ml работни раствори уреа и во секоја епрувета се додаваат по 5 ml раствор DMAB. Слепата проба се приготвува со 5 ml фосфатен пуфер и 5 ml раствор DMAB. Секоја проба се помешува и остава 10 минути во водена бања на температура од 25 °C. Се отчитува апсорбацијата на спектрофотометарот на бранова должина од 420 nm и со слепа проба се определува нула апсорбација, а потоа се конструира баждарена крива.

Определување

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 500 ml се мери 1 g мостра, се додава 1 g активен јаглен, 250 ml дестилирана вода, 5 ml раствор на цинкацетат и 5 ml раствор на калиумфероцијанид. Се матка 30 min до 500 ml и се дополнува со дестилирана вода. Се проматкува и остава да се слегне. Низ филтрир-хартија (NO 40) растворот се профилира и за натамошна анализа се зема чист филтрат. По 5 ml филтрат се пипетира во епрувети, се додаваат 5 ml DMAB и веднаш се мешат. Во секоја серија мостра се вклучува референтен стандард (5 ml референтен стандард и 5 ml раствор DMAB) и слепа проба. Сите раствори се оставаат 10 min во водена бања на температура од 25 °C. Потоа се отчитува апсорбацијата на спектрофотометарот на бранова должина од 420 nm при слепа проба.

Пресметување

Содржината на уреа се изразува во проценти и се пресметува според следната формула

$$\text{уреа} = \frac{1,0 \cdot \text{апсорбација на мострата}}{\text{апсорбација на стандардот} \cdot \text{mg мостра во аликуот}}$$

10. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КАЗЕИН**Примена**

Определување на казеин се врши во млеко во прав кога тоа млеко се користи како добиточна храна.

Определување

Се одмеруваат 10 g мостра и растворуваат со 140 ml дестилирана вода во чаша со зафатнина од 200 ml. Водата постепено се додава за да не се создаваат грутчиња. Така приготвената мостра се загрева до 40 °C, со постојано мешање и контрола со термометар. Кога мострата ќе достигне температура од 40 °C, се додава 1 ml заситен раствор на стипса $\text{K}_2\text{Al}_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ заради издвојување на талогот. Ако талогот не се издвои, треба да се додадат капка по капка уште 0,5 ml раствор на стипса. Потоа содржината од чашата се филтрира, па чашата и содржината на филтрир-хартијата трипати се мијат со дестилирана вода.

Филтрир-хартијата, со содржината, се пренесува во кјелдал-шише и се постапува како и при определувањето на азотот.

Пресметување

Содржината на казеин се пресметува така што утврдената количина на азот се помножува со 6,38 и се добива процент од масата на мострата.

11. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЛАКТОАЛБУМИН**Примена**

Определување на лактоалбумин се врши во производ од млеко за добиточна храна.

Определување

За определување на лактоалбумин се користи филтрат по одвојувањето на казеинот, што е утврдено во методот за определување на казеин. Добениот филтрат најпрво се неутрализира со 10% ен NaOH, па потоа се додаваат 0,3 ml концентрирана оцетна киселина разблажена со вода во однос 1:9. Така добиената неутрална мешаница се загрева на водена бања додека целиот лактоалбумин не се наталожи. Добениот талог се собира на филтер кој е изменен со киселина, се мие со дестилирана вода, а потоа се определува директно азотот, што е опишано во методот за отстранување на азотот и суровите протеини пропишан во овој правилник.

Пресметување

Содржината на лактоалбумин се пресметува така што содржината на азотот се помножува со коефициентот 6,38.

12. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СУРОВИ МАСТИ**Принцип и примена**

Методот се применува при определувањето на сурови масти во добиточната храна, освен во маслодајните култури и споредните производи од маслодајни култури. За тоа определување се применуваат две постапки зависно од видот на добиточната храна. Постапката А (директна екстракција со диетил-етер) се применува за сите видови добиточна храна што не се определуваат со постапката В: Постапката В се применува за испитување добиточна храна од која не е можна директна екстракција со диетил-етер без претходна подготовка, добиточна храна од животинско потекло, глутен, сува каша од компири, сув квасец, делови на бисквити и јадења, производи од млеко и добиточна храна која содржи најмалку 40% од споменатите суровини.

За производи со висока содржина на масло, масти или со висока содржина на влага што тешко се испитуваат е неопходно мострата претходно да се третира.

Принципот на методот А се заснова врз екстракција со диетил-етер отстранување на растворувањето со дестилација, сушење и мерење на остатокот.

Принципот на методот В се заснова врз хидролиза на мострата на хлороводородна киселина, ладење и филтрација на растворот, а потоа врз миене и сушење на остатокот добиен со екстракција со диетил-етер.

Реагенси и помошни средства

За определување на сурови масти се користат следните реагенси:

- 1) диетил-етер, безводен, слободен од пероксид (v_{20} 0,720 g/ml, точка на врнењето 34 до 35 °C);
- 2) јаглентетрахлорид;
- 3) натриум-сулфат, безводен;
- 4) хлороводородна киселина, $C(HCl) = 3 \text{ mol/l}$;
- 5) средства за филтрација.

Прибор

Покрај другата лабораториска опрема се користи следниот прибор:

- 1) sohlet - екстрактор или слична апаратура;
- 2) апарат за загревање со контрола на температурата;
- 3) вакуумска сушилница (притисок не помал од 13 kPa);
- 4) сушилница со контрола на температурата од 95° до 98 °C;
- 5) аналитичка вага;
- 6) конична тиквичка (Ерленмаер), со зафатнина од 300 ml или стаклен пехар со зафатнина од 400 ml.

Определување

Постапка А

Се одмеруваат 5 g мостра за испитување, со точност од 0,001 g, се измешуваат со 2 до 3 g натриумсулфат и месата се пренесува во чаурата на екстракторот која се прекрива со памук. Чаурата се пренесува во ексикаторот и се екстрахира 6 h со диетилетер. При користењето на сохлет-екстрактор, температурата се регулира така што да се постигнат 15 сифонирања по час. Потоа се собира сувиот остаток и се одмерува тиквичката во која се наоѓаат и делови од камен пливец. Потоа се врши дестилација, остатокот се суши во тек на 1,5 h во вакуумска сушилница при температура од 75 °C, се лади во ексикатор и се мери со точност 0,001 g. Повторно се суши 30 минути до константна маса.

Постапка В

Се одмеруваат 2,5 g мостра за испитување, со точност од 0,001 g и се пренесуваат во конична тиквичка или стаклена чаша. За производи со ниска содржина на екстракт-диетил мострата за испитување изнесува 5 g.

Во конична тиквичка со мостра за испитување се додаваат 100 ml хлороводородна киселина и делови од камен пливец. Коничната тиквичка се покрива со саатно стакло и се пренесува на апарат за загревање, каде што полка врне 1 h. Потоа се лади и се додава мала количина на средство за филтрирање за да се спречи за време на филтрацијата губење на масло или маст. Филтрација се врши низ дупла филтрир-хартија, а остатокот се измива со ладна вода додека не престане киселата реакција. Се проверува дали на површината на филтратот има масло или маст. Ако се утврди присуство на масло или маст, мострата мора да се екстрахира со диетил-етер, како што е опишано во постапката А, пред хидролизата.

Дуплата филтрир-хартија со остатокот се пренесува на саатно стакло и се суши 1,5 h во печка на 95 до 98°C, а потоа се пренесува во чаурата на екстракторот и 6 h екстрахира со диетил-етер. Понатаму се постапува како што е утврдено со постапката А.

Пресметување

Екстрактот на диетил-етер се изразува како процент по маса на мострата и се пресметува според следната формула

$$\frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \times 100$$

каде што е:

- m_0 - маса на мострата за испитување, во грамови
- m_1 - маса на коничната тиквичка со делови на камен пливец и со сув екстракт на етер;
- m_2 - маса на коничната тиквичка со делови на камен пливец, во грамови.

Резултатот се изразува со една децимала.

Повторливост

Разликата меѓу две паралелни определувања што го извел истовремено или едноподруго ист аналитичар не смее да биде поголема од 0,3% масло или маст.

13. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СЛОБОДНИ МАСНИ КИСЕЛИНИ

Принцип и примена

Методот се применува при испитување на добиточна храна сиромашна со скроб и на компоненти на добиточна храна богата со масти. Со методот се определуваат слободните масни киселини изразени како олеинска киселина. Принципот се заснова врз титрација на мострата на екстракт на етер со натриумхидроксид.

Реагенси

За определување на слободни масни киселини се користат следните реагенси:

- 1) раствор с (NaOH) = 0,1 mol/l (или KOH) во 96%-ен етанол;
- 2) смеша на етанол и диетил-етер 1 + 1 (V/V), неутрализирана,
- 3) фенолфталеин, 1%-ен раствор во етанол.

Прибор

Се користи водена бања.

Определување

По екстракцијата во диетил-етер, остатокот од масти се растопува во 100 ml смеса на етанол-диетил-етер 1 + 1 (V/V). Ако тој остаток слабо се растопува, растопувањето се забрзува со греење на растворот во шише на водена бања. Растворот добро се проматкува, потоа се додаваат до 3 капки фенолфталеин како индикатор и се титрира со натриумхидроксид.

Пресметување

Еден милилитар раствор с (NaOH) = 0,1 mol/l одговара на 0,0285 g олеинска киселина ($C_{18}H_{34}O_2$). Содржината на слободни масни киселини како олеинска киселина во проценти по месата се пресметува според формулата:

$$C \cdot 0,0285 \cdot 100$$

измерена на маст, во грамови

каде што е:

C - број на милиметрите 0,1 mol/l NaOH

14. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КИСЕЛИНСКИ СТЕПЕН

Принцип и примена

Принципот се заснова врз екстракција на мостра со 67%-ен етанол и титрација со 0,1 mol/l NaOH. Методот се применува за определување на слободни масни киселини (киселински степен) во добиточната храна богата со скроб.

Реагенси

За определување на киселинскиот степен се користат следните реагенси на чистотија pro analysi:

- 1) етанол, 67 %-тен (V/V) = 0,983 g/ml неутрализира со натриумхидроксид со фенолфталеин како индикатор

2) индикатор, 3 %-тен раствор фенолфталеин во 70 %-тен етанол;

3) раствор $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ NaOH на познат фактор.

Прибор

За определување на киселинскиот степен се користи следниот прибор:

- 1) аналитичка вага;
- 2) ерленмаер - тиквичка
- 3) пипета;
- 4) електрична маткалка;
- 5) филтрир-хартија;
- 6) микробирета по Банг, поделба 1/100.

Приготвување на мостра

Мострата мора да се иситни така што најмалку 90% од честичките да минуваат низ сито со големина на отворите од 1 mm.

Определување

Се измеруваат 10 g иситнета мостра на добиточна храна, со точност од 0,01 g и се пренесуваат во Ерленмаер - тиквичка. Потоа со пипета се додаваат 50 ml 67 %-тен етанол и со кружно движење се матка 15 min при температура од 20 °C. Ако се користи електрична маткалка, доволно е 5 min мирување талогот да се слегне, а растворот се процежува низ набрана филтрир-хартија.

По 5 min со пипета се земаат 25 ml филтрат и се пренесуваат во друга ерленмаерова тиквичка, потоа се додаваат 0,5 ml индикатор на фенолфталеин и се титрира со раствор од 0,1 mol/l NaOH додека не се појави постојана виолетова боја.

Пресметување

Киселинскиот степен го означува бројот на ml 1 mol/l NaOH потребни за неутрализација на слободните масни киселини во 100 g мостра и се пресметува според следната формула:

Киселински степен = 2a
каде што е:

a - потрошен број на ml 0, 1 mol (NaOH)/l за неутрализација

Повторливост

Разликата меѓу резултатите од две определувања извршена паралелно или набрзо едноподоруго не смее да изнесува повеќе од 0,2 единици за вредноста на киселинскиот степен до 3, а 0,3 единици за вредноста на киселински степен поголем од 3.

15. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА pH ВРЕДНОСТ

Принцип и примена

Принципот се заснова врз електрохемиско мерење на pH вредност на водениот екстракт на добиточна храна.

Методот се применува за сите хранива (освен маст, масло и сл.) и мешана добиточна храна. Ако постои основно сомнение на хомогеност, се зема соодветна поголема мостра (на пр. за силажа 100 g во 1 000 ml).

Прибор

Освен вообичаената лабораториска опрема треба да се приготви:

- 1) pH-метар со стаклена и Каломелова електрода;
- 2) маткалка со околу 40 0/min и со садови со соодветна зафатнина.

Определување

Се одмеруваат 10 g мостра и со 100 ml вода се пренесуваат во сад за екстракција. Заради подобра екстракција, потребно е да се додадат неколку стаклени перлици. Мострата се екстрахира на маткалка, 15 min. Содржината се процежува и во бистриот филтрат се определува pH вредност.

16. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СУРОВА ЦЕЛУЛОЗА

Принцип и примена

Методот се заснова врз третирање на мострата со сулфурна киселина и калиумхидроксид, па остатокот се одвојува со филтрирање и по сушењето и жарењето се измерува.

Прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема е потребен и следниот прибор:

- 1) аналитичка вага;
- 2) извори на загревање (решо или пламеник);
- 3) кварцини филтрирни лончиња и опрема за вакуумско филтрирање;
- 4) муфолна печка (печка за жарење);
- 5) мелница со сито.

Реагенси и помошни средства

За определување на сурова целулоза се потребни следните реагенси на чистотија pro analysi и дестилирана вода:

- 1) раствори на сулфурна киселина $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,26 \text{ mol/l}$;
- 2) раствори на калиумхидроксид $c(\text{KOH}) = 0,23 \text{ mol/l}$;
- 3) средства против пенење (на пример силикон);
- 4) ацетон;
- 5) диетил-етер, чист;
- 6) раствор на хлороводородна киселина $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Кварцен песок измие и жарен на температура од 550 °C \pm 25 °C се вари 30 min во 4 mol/l HCl. Потоа се мие со вода, додека не се ослободи од хлорид и се жари на температура од 550 \pm 25 °C до константна маса.

Приготвување на мостра

Ако мострата содржи повеќе од 10% масти, претходно се подложува на одмастување со екстракција во диетил-етер. Во гуч-лонче со филтрир-хартија на дното се одмеруваат 3 g од мострата за испитување и трипати се мијат со по 50 ml диетил-етер, кој се отшмукува со помош на вакуум. Одмастената мостра квантитативно се пренесува во чаша со зафатнина од 600 ml и се определува суровата целулоза.

За храна од која мастите не можат директно да се екстрахираат во диетил-етер, мострата се вари со 1,25 mol/l сулфурна киселина, потоа трипати се мие со ацетон (околу 100 ml) и трипати со по 50 ml диетил-етер. Остатокот квантитативно се пренесува во чаша и се продолжува варењето со калиум-хидроксид. Тоа се применува на храна „замена за млеко“ и на остаток на пекарската индустрија.

Од храна што содржи повеќе од 2% калциум се одмеруваат 3 g мостра и се третираат 5 min со 100 ml ладен раствор на хлороводородна киселина, со концентрација од 0,5 mol/l. Остатокот се филтрира и се мие со ладна вода. Се користи за определување на сурова целулоза.

Определување

Во висока чаша со рамен раб, со зафатнина од 600 ml се одмеруваат 3 g мостра со точност од 0,001 g и се додаваат 200 ml сулфурна киселина. Чашата се става над изворот на топлина и се грее за содржината да проврие што побрзо. Вриењето потоа продолжува уште 30 min. Притоа да не дојде до испарување на водата односно до големување на концентрацијата на киселина во садот со мостра, на чашите се ставаат шишиња со тркалесто дно низ кое протекува ладна вода, така што тие да служат како кондензатори. Наместо тие шишиња можат да се употребат и други видови ладилници, што спречуваат испарување на течност. По 30 минути вриење, се додаваат 50 ml ладна вода и содржината се филтрира под вакуум преку гуч-лонче со приготвена кварца маса. Кога филтрацијата ќе заврши, се пристапува кон миење на преостанатата киселина од остатокот на мострата во лончето со врела дестилирана вода (95° - 100 °C) додека филтратот не биде неутрален.

Нерастворениот материјал со помош на стаклено стапче се пренесува од лончето во веќе употребената чаша,

и се додаваат 200 ml раствор на калиумхидроксид. Чашата се става на изворот на топлина и се грее до вриење, кое трае 30 min. Потоа се додаваат 50 ml ладна дестилирана вода и се филтрираат преку употребеното гуч-лонче. Остатокот се мие со врела дестилирана вода сè додека не се отстранат трагите од калиум-хидроксид. Потоа продолжува миењето на тој начин што се додава ацетон трипати во вкупната количина од приближно 50 ml и на крајот миењето со диетил-етер во вкупна количина од 50 ml се повторува три пати.

Остатокот од нерастворената мостра (сурова целулоза) се суши во гуч-лонче на температура 105 °C, а потоа се лади во ексикатор и се мери до константна маса – m_1 (маса 1). Гуч-лончето се става во муфолна печка која е загреана на температура од 550 до 600 °C. По жарењето се лади во ексикатор и се мери m_2 (маса 2).

Пресметување

Содржината на суорова целулоза се изразува во проценти по маса и се пресметува според следната формула:

$$\frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

каде што е:

m – маса на земената мостра, во грамови;

m_1 – маса на лончето со целулоза, во грамови;

m_2 – маса на празното лонче, во грамови.

Како резултат се зема следната аритметичка вредност од најмалку две наспоредни определувања, ако се исполнети и барањата во поглед на повторливоста.

Резултатот се заокружува на две децимали.

Повторливост

Разликата меѓу резултатите од две наспоредни определувања, кои истовремено или набрзо едноподруго ги изведува ист аналитичар, не смее да биде поголема од 0,5%.

17. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СКРОБ

Принцип и примена

Содржината на скроб во мострата делумно се разложува со хлороводородна киселина до декстрин и глюкоза. По отстранувањето на протеинот од смесата се определува оптичката активност на филтрираниот раствор. По корекцијата на резултатите за оптичката активност на оптички активните супстанции што не се скроб, декстрин и глюкоза, се пресметува содржината на скроб со помош на формула.

Методот се применува при испитување на добиточна храна од животинско и растително потекло, освен кога се во прашање смеси што содржат компир, каша од репка, резанки од репка или цела репка, како и за производи со висока содржина на инсулин.

Реагенси

Сите реагенси мораат да бидат со чистотија проанализирани. За приготвување на раствор се користи редестилирана вода.

Се користат следните реагенси:

- 1) етанол 40% (V/V) ($\rho = 0,948 \text{ g/ml}$), неутрален во однос на фенолфталеин како индикатор;
- 2) метил-црвено, индикатор 1 g/l етанол 96% (V/V);
- 3) хлороводородна киселина 25% ($\rho = 1,126 \text{ g/ml}$);
- 4) хлороводородна киселина 1,128 % (m/V);
- 5) Carrez I: се растворуваат 21,9 g Zn $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и 3 g CH_3COOH во вода и се дополнуваат со вода до 1 000 ml;
- 6) Carrez II: се растворуваат 10,6 g $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ во вода и до 100 ml се дополнуваат со вода;
- 7) активен јаглен (carbo medicinalis).

Прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема се користат и следниот прибор:

- 1) мелница за фино мелене;
- 2) аналитичка вага;
- 3) водена бања 100 °C;

- 4) тиквичка со зафатнина од 100 ml;
- 5) мензура со зафатнина од 100 ml;
- 6) пипета со зафатнина од 50 ml;
- 7) пипета со зафатнина од 25 ml;
- 8) пипета со зафатнина од 10 ml;
- 9) конично шише со зафатнина од 200 ml;
- 10) полариметар или сахариметар со полариметарски цевки со должина од 200 mm.

Приготвување на мострата за анализа

Првите неколку грама мостра сомелена во мелница се отфрла, а остатокот се сомелува така што честичките од млевот да минуваат низ сито со големина на отворите од 0,5 mm. Сомелената мостра мора да биде добро хомогенизирана за да се одбегне издвојување на одделни фракции. Сомелената мостра се држи во добро затворено шише и се анализира што е можно побргу.

Определување

Определување на вкупната оптичка активност

Се измеруваат 2,5 g мостра со точност од 0,001 g и со 25 ml 1,128% HCl се пренесуваат во одмерна тиквичка со зафатнина од 100 ml. Содржината добро се изматкува (да не останат груткиња), грлото на тиквичката се мие со нови 25 ml HCl, а содржината уште еднаш добро се проматкува и тиквичката се нурнува во врела водена бања. Количината на водата во бањата мора да биде толкава што по нурнувањето на тиквичката вриењето да не престане.

Во текот на првите три минути содржината силно се проматкува неколку пати, но тиквичката не се вади од бањата. По точно 15 min тиквичката се вади од водената бања, се додаваат околу 30 ml ладна редестилирана вода и содржината во тиквичката се лади со вода до собна температура.

За таложување на протеинот се додаваат 5 ml Carrez I, се матка 1 min, се додаваат 5 ml Carrez II, повторно се матка 1 min и се дополнува со вода до 100 ml, се проматкува и се филтрира.

Содржината на тиквичката добро се проматкува, се остава 15 min и се филтрира низ сува филтрир-хартија. Ако филтратот не е бистар, се повторува определувањето, а за таложување на протеинот се земаат 10 ml Carrez I и 10 ml Carrez II.

Ако и потоа растворот не стане бистар, се додаваат околу 2 g активен јаглен, добро се проматкува и повторно филтрира низ сува филтрир-хартија.

Со добиениот бистар раствор се наполнува полариметарската цевка долга 200 mm и се определува оптичката активност.

Определување на оптичката активност на супстанции растворливо во етанол 40% (V/V)

Се измеруваат 5 g мостра со точност од 0,001 g и со 80 ml етанол 40% (V/V), се пренесуваат во одмерна тиквичка со зафатнина од 100 ml, добро се проматкува и се остава на собна температура 1 h. За тоа време содржината на тиквичката на секои 10 min се проматкува, потоа се дополнува со етанол а до ознаката, повторно се проматкува и се филтрира.

Забелешка: Кога добиточната храна содржи повеќе од 5% лактоза, по одмерувањето на мострата и додавањето на 80 ml етанол, содржината се пренесува во одмерна тиквичка со зафатнина од 100 ml, која потоа се спојува со ладилникот и држи 30 min на водена бања на температура од 50 °C. Потоа содржината се лади, се дополнува до ознаката и се филтрира.

Се одмеруваат 50 ml филтрат, се ставаат во тиквичка со зафатнина од 250 ml, се додаваат 2 ml 25% HCl, се спојува со ладилникот и се нурнува во врела водена бања и држи точно 15 min. Потоа содржината се префрлува во одмерна тиквичка со зафатнина од 100 ml, тиквичката се мие со ладна вода и содржината се лади со вода до собна температура.

За таложување на протеинот се додаваат 5 ml Carrez I, се матка 1 min, се додаваат 5 ml Carrez II, повторно се мат-

ка 1 ml и се дополнува со вода до 100 ml, се проматкува и филтрира.

Поларизационата цевка долга 200 ml се наполнува со бистар раствор и се определува оптичката активност.

Мерењето се изведува на полариметар или сахариметар на собна температура.

Забелешка: Кога се во прашање хранлива, како што се коскено брашно, месно брашно, рибно брашно, алкално третирано брашно и брашно со висока содржина на вар, се врши неутрализација.

Пресметување

Содржината на скроб се изразува во проценти и се пресметува според следната формула:

$$W = 10\,000 \frac{\alpha}{[\alpha] D^{20} \cdot l \cdot c}$$

каде што е:

α = P - p

P - вкупна оптичка активност, во кружни степени

p - оптичка активност на фракцијата растворена во етанол 40% (V/V), во кружни степени;

$[\alpha] D^{20}$ - специфичен агол на ротацијата даден во табелата

l - должина на полариметарска цевка;

c - константа чија вредност зависи од типот на полариметарот;

c = 1, за полариметар со кружна скала;

c = 2,885 за полариметар со интернационална скала за шеќер;

c = 2,8854, за Венцкеов (Ventzke) тип полариметар.

Вредностите за специфични оптички ротации на неколку видови скроб определени со овој метод во кружни степени се дадени во табелата.

Скроб	Специфична оптичка ротација $[\alpha] D^{20}$
Пченица	182,7
Овес	181,3
Рж	184,0
Јачмен	181,5
Пченка	184,6
Ориз	185,9
Компир	195,4
Средна вредност	185,05

Ако одмереното изнесувало 2,5 g и должината на полариметарската цевка 200 mm, а за специфична ротација е земена просечна вредност од 185,05, содржината на скробот во проценти изнесува:

W % = 10,887 - за кружна скала;

W % = 3,769 - за скала за шеќер;

W % = 3,773 - за Венцкеова (Ventzke) скала.

Како резултат од едно определување се зема аритметичката средина на пет отчитувања на оптичката ротација на еден раствор. За конечен резултат на мострата се зема аритметичката средина на најмалку две наспоредни определувања извршени истовремено на иста мостра.

Повторливост

Разликата меѓу две паралелни определувања на иста мостра не смее да биде поголема од:

- 0,4%, во апсолутна вредност - за содржина до 40% скроб;

- 1,0%, во релативна вредност - за содржина на скроб поголема од 40%.

18. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СУРОВ ПЕПЕЛ

Принцип и примена

Методот се заснова врз разлагање на мострата со жарење на температура од 550°C и мерење на остатокот, а

пепелот се изразува во проценти на маса. Методот се користи за определување на пепелот во добиточна храна.

Прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема се користат и:

1) аналитичка вага;

2) муфолна печка, со можност за регулација на температурата на 550°C. Температурата во печката во близина на садот за жарење не смее да се разликува за повеќе од 20°C во однос на определената температура;

3) сушилница регулирана на температура од 103 ± 2°C;

4) извори на загревање (решо или пламник);

5) сад за жарење од порцелан, платина или легура на платина и сребро или друг материјал погоден за условите за испитување, со соодветна форма, зафатнина од 20 до 30 ml и височина до 5 cm;

Забелешка: За мострите кои во текот на јагленосувањето имаат тенденција за бабрење, треба да се користат садови со зафатнина од 30 до 250 ml и височина до 10 cm.

6) ексикатор, снабден со ефикасно средство за сушење.

Определување

Во садот за жарење кој претходно е загреван 30 мин. во муфолна печка, на температура од 550°C, изладен во ексикаторот и измерен со точност од 0,0001 g, се одмерува околу 3 g мостра за испитување со точност од 0,0001 g.

Садот за жарење со мострата постепено се загрева на решо или пламник, до јагленосување на мострата, така што во текот на целата постапка да не дојде до загубување на неорганската материја. Садот се пренесува во муфолната печка, претходно регулирана на 550°C, и се става во печката 3 h. Визуелно се проверува дали пепелот е ослободен од јагленосани честички. Ако јагленосани честички се задржале, садот повторно се враќа во муфолната печка и се грее 1 h. Ако јагленосаните честички уште се видливи или ако се сомнева во нивното присуство, садот се остава пепелот да се излади. Пепелот потоа се навлажува со дестилирана вода, внимателно се исушува во сушилницата на температура од 103 ± 2°C, а потоа садот се враќа во муфолната печка и повторно се загрева 1 h. Потоа се става во ексикаторот да се излади до собна температура и брзо се мери, со точност од 0,0001 g.

Забелешка: Пепелот добиен според наведената постапка може подоцна да се користи за определување на пепелот нерастворлив во хлороводородна киселина.

Пресметување

Суровиот пепел се изразува во проценти по маса и се пресметува по следната формула:

$$(m_2 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1 - m_0}$$

каде што е:

m_0 - маса на празниот сад, во грамови;

m_1 - маса на садот со мостра за испитување, во грамови;

m_2 - маса на садот и суровиот пепел, во грамови.

Како резултат се зема аритметичката средна вредност на две паралелни определувања, со тоа што да се задоволени условите на повторливоста.

Резултатот се изразува со два децимала.

Повторливост

Разликата меѓу две паралелни определувања на иста мостра не смее да бидат поголеми од:

0,3 единици (во апсолутна вредност) - за содржина на пепел помал од 3%;

0,4 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел од 3 до 5%;

0,5 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел од 5 до 20%;

0,7 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел од 20 до 40%;

1 единица (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел поголема од 40%.

19. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ПЕПЕЛ НЕРАСТВОРЛИВ ВО ХЛОРОВОДОРОДНА КИСЕЛИНА

Принцип и примена

За определување на пепел нерастворлив во хлороводородна киселина се применуваат две постапки, зависно од видот на добиточната храна.

Принципот на постапката А се состои во разлагање на органската материја со согорување, а добиениот пепел се третира со 10% раствор на хлороводородна киселина, се филтрира, се суши, се запалува и добиениот остаток се мери.

Постапката А се применува на хранива од органско потекло и на крмни смеси во кои се претпоставува содржина на пепел до 1%.

Принципот на постапката Б се заснова на издвојување на состојките на мострите нерастворливи во раствор на хлороводородна киселина и врз натамошна примена на постапката А.

Реагенси

Се користат следните реагенси:

1) 10%-тен раствор на хлороводородна киселина;
2) раствор на трихлороцетна киселина (се одмерува 200 g киселина и се дополнува со вода до 1 l) – (за постапката А);

3) раствор на трихлороцетна киселина (се одмерува 10 g киселина и се дополнува со вода до 10 l).

Апарати и прибор

Се користат следните апарати и прибор:

1) муфолна печка, со можност за регулација на температурата на 550°C (температурата во печката во близина на садот за запалување не смее да се разликува повеќе од 20°C во однос на определената температура);

2) аналитичка вага;

3) сушилница, со можност за регулација на температурата на 103 ± 2°C;

4) решо или пламник;

5) водена бања;

6) сад за согорување од порцелан, платина или легура на платина и сребро или од друг погоден материјал, со зафатнина од 20 – 30 ml и височина до 5 cm;

7) ексикатор со ефикасно средство за сушење.

Определување

Постапка А

Во изжарен сад се одмерува 5 g мостра за испитување, со точност од 0,0001 g. Садот за согорување со мострата за испитување се става на решо или пламник и постепено се загрева до јагленосување, а потоа се пренесува во муфолната печка претходно загреана на 550°C и се остава 3 h. Визуелно се проверува дали пепелот е ослободен од јагленосани честички. Ако не е, садот повторно се враќа во печката и се жари 1 h. Ако јагленосани честички се уште видливи или ако постои сомневање дека уште ги има, пепелот се разладува а потоа се навлажува со дестилирана вода. Влагата постепено се испарува во сушилницата на температура од 103 ± 2°C, пепелот повторно се преместува во муфолната печка и се жари 1 h. Садот потоа се става во ексикаторот да се излади до собна температура. Остатокот во садот – пепелот квантитативно се пренесува во чаша со зафатнина од 250 до 400 ml, се прелива со 75 ml раствор на хлороводородна киселина, внимателно се грее на решо или пламник до вриење и се остава да врие 15 min. Врелиот раствор се филтрира преку филтрир-хартија без пепел, потоа филтрир-хартијата со остатокот се измива со врела вода сè додека од водата за испитување не се

отстрани киселината. Филтрир-хартијата со остатокот се пренесува во садот за согорување кој претходно е загреван 30 min во муфолната печка на температура од 550°C, изладен во ексикаторот и измерен со точност 0,001 g. Содржината во садот се грее 2 h во сушилница на температура од 103 ± 2°C, потоа 30 min се жари во муфолната печка на температура од 550°C. По жарењето садот се става во ексикаторот да се излади до собна температура и изладен брзо се мери, со точност од 0,0001 g.

Постапка В

Во садот со мостра за определување постепено се додава 25 ml вода и 25 ml раствор на хлороводородна киселина, се промешува и се чека да се загуби пената. Потоа се додаваат 50 ml раствор на хлороводородна киселина, повторно се промешува и, по потреба, ќе се почека пената да се загуби. Садот 30 min или подолго се грее на зовриена водена бања додека скробот не се разгради.

Врелиот раствор се филтрира преку филтрир-хартија, без пепел, и филтрир-хартијата со остатокот се измива со 50 ml врела вода.

Забелешка: Ако растворот тешко се филтрира, определувањето мора да се повтори на нова мостра, но сега наместо 50 ml раствор на хлороводородна киселина се додава 50 ml трихлороцетна киселина, а филтрир-хартијата со остаток од пепелта пред измивање со топла вода се измива со топол раствор на трихлороцетна киселина. Филтрир-хартијата со остатокот од пепелта се пренесува во садот за жареење, се суши во сушилницата 2 h на температура од 103 ± 2°C, а потоа се жари 3 h во муфолната печка. По жареењето садот се става во ексикаторот да се излади до собна температура и изладен брзо се мери, со точност од 0,0001 g.

Пресметување

Количината на пепелот нерастворлив во хлороводородна киселина се изразува во проценти маса и се пресметува по следната формула:

$$(m_2 - m_0) \cdot \frac{100}{m_1}$$

каде што е:

m_0 – маса на празниот сад, во грамови;

m_1 – маса на мострата за испитување, во грамови;

m_2 – маса на садот со пепел нерастворлив во хлороводородна киселина, во грамови.

Како резултат се зема средна аритметичка вредност на две паралелни определувања, ако се исполнети барањата во поглед на повторливоста и резултатот се изразува со два децимала (m/m).

Повторливост

Разликата меѓу две паралелни определувања на иста мостра не смее да биде поголема од:

0,3 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел нерастворлив во хлороводородна киселина помал од 3%;

0,4 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел нерастворлив во хлороводородна киселина од 3 до 5%;

0,5 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел нерастворлив во хлороводородна киселина од 5 до 20%;

0,7 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел нерастворлив во хлороводородна киселина од 20 до 40%;

1,0 единици (во апсолутна вредност) – за содржина на пепел нерастворлив во хлороводородна киселина поголем од 40%.

0. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА БЕЗАЗОТНИ ЕКСТРАКТИВНИ МАТЕРИИ

Примена

Определување на безазотни екстрактивни материи се применува за сите видови добиточна храна.

Пресметување

Безазотните екстрактивни материи се изразуваат во проценти по маса на мостра и се пресметуваат по следната формула:

$$100 - (V + SP + SM + SC + MM)$$

каде што е:

- SP - процент на сурови протеини;
- SM - процент на сурови масти;
- SC - процент на сурова целулоза;
- V - процент на влага;
- MM - процент на минерални материи.

21. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ХЛОРИДИ

Принцип и примена

Принципот се состои во титрација на водениот раствор на подготвената количина на мостра со раствор на сребронитрат, кој со хлоридот во вода дава талог на среброхлорид.

Методот се применува за определување на хлоридот од добиточната храна.

Реагенси

За определување на безалкохолните екстрактивни материи се користат следните реагенси на чистота pro analysis и дестилирана вода:

- 1) 10%-ен раствор на калиумхромат;
- 2) раствор на сребронитрат $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема, се користат и следниот прибор:

- 1) сад за одмерување;
- 2) стаклен сад со зафатнина од 100 ml;
- 3) пипета со зафатнина од 20 ml;
- 4) стаклена чаша со зафатнина од 400 ml;
- 5) шприц-шише;
- 6) бирета;
- 7) стаклено стапче.

Определување

На аналитичка вага се одмерува приближно 10 g мостра со точност 0,001 g и се додава 50 ml дестилирана вода, добро се измешува и се остава 2 h при повремено мешање. Потоа се процедува низ филтрир-хартија во стаклен сад со зафатнина од 100 ml, талогот добро се измива со дестилирана вода и садот до ознаката се дополнува со дестилирана вода. Од растворот приготвен на тој начин со пипета се земаат 20 ml раствор, се додаваат 2 до 5 капки 10%-ен калиумхромат и се титрира со 0,1 mol/l раствор на сребронитрат сè додека растворот не стане портокалов.

Пресметување

Количината на натриумхлорид се добива од количината на потрошениот раствор на сребронитрат и количината на мострата за анализа.

Количината на натриумхлорид се изразува во проценти, а се пресметува по следната формула

$$\frac{A \cdot F \cdot 0,005844 \cdot V \cdot 100}{a \cdot m}$$

каде што е:

- A - зафатнина 0,1 mol/l раствор на сребронитрат, потрошена за титрација, во милилитри;
- F - фактор 0,1 mol/l раствор на сребронитрат;

0,005844 - маса на натриумхлорид еквивалентна на 1 ml 0,1 mol/l раствор на сребронитрат;

V - зафатнина на растворот во мерниот сад;

100 - пресметка на процент;

a - зафатнина на растворот употребена за титрација;

m - маса на одмерената мостра за анализа, во грамови.

22. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА НАТРИУМХЛОРИД

Примена

Методот се применува за утврдување на натриумхлорид во кујнска - јодирана сол.

Реагенси

За определување на натриумхлоридот се употребуваат следните реагенси:

- 1) раствор на сребронитрат $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- 2) 10 %-ен раствор на калиумхромат (K_2CrO_4).

Приготвување на раствор

Се одмерува 17 g сребронитрат и се раствора во 1 l вода, па титарот на овој раствор се определува со помош на раствор на хемиски чист, исушен NaCl, на температура од 105° C на следниот начин: 0,1 до 0,2 g NaCl, измерен со точност 0,0002 g, се префрла во конична тиквичка, се раствора во 30 ml дестилирана вода, се додаваат 4 капки 10%-ен раствор на калиумхромат и се титрира со приготвениот раствор на сребронитрат се додека црвената боја не биде постојана.

Определување

Се одмерува 5 g мостра се пренесува во мерно шише со зафатнина од 250 ml, се прелива со вода до две третини од зафатнината на шишето, па повремено, во текот на половина час, силно се матка. Тогаш се долива вода до ознаката и се филтрира низ сува набрана филтрир-хартија. Првиот дел од филтратот се отфрла, а потоа со пипета се зема 50 ml филтрат, кој се титрира со раствор од 0,1 mol (AgNO_3)/l со додавање на 2 до 3 капки 10%-ен раствор калиумхромат се додека црвенкастата боја не биде постојана.

Пресметување

Содржината на натриумхлорид се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$\frac{a \cdot f \cdot 0,005846 \cdot V \cdot 100}{b \cdot m}$$

каде што е:

- a - количина на растворот 0,1 mol (AgNO_3)/l во, милилитри потрошен за титрација;
- f - фактор на растворот 0,1 mol (AgNO_3)/l;
- 0,005846 - количина на NaCl, во грамови, која одговара на 1 ml точно 0,1 mol/l раствор на AgNO_3 ;
- V - зафатнина на течноста во мерното шише, во милилитри;
- b - количина на филтратот земена за титрација, во милилитри;
- m - маса на испитуваната мостра, во грамови.

Забелешка: Ако филтратот кој се добива во постапката за определување е темно бојосан, тогаш аликвотниот дел се филтрира, со додавање на 1 ml 10%-ен раствор на натриум-карбонат, се впарува до сув и се жари во електрична печка на температура до 500 °C. Бел до сувобел пепел се раствора во разблежена азотна киселина (1 + 3) и се филтрира, а потоа во филтратот се определува NaCl, како што е тоа утврдено во постапката за определување.

23. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ОРГАНОЛЕПТИЧКИТЕ СВОЈСТВА НА ЈОДИРАНА СОЛ ЗА ДОБИТОЧНА ХРАНА

Определување на миризбата

Се одмерува 20 g јодирана сол и со малку вода се трне со толчник во тријалник. Мешаницата не смее да испушта миризба, освен блага специфична миризба на материјал ако се додадени заради облагородување на солта или за терапевтски цели.

Испитување на вкусот

Вкусот се утврдува со проба на 5%-ен воден раствор на сол во дестилирана вода.

Испитување на бојата

Јодираната сол мора да има теракот-црвена односно сиво-црна боја, која мора да одговара на стандардните мостри на сол денатурирана со 0,2% хематит во прав или фино иситнет дрвен јаглен.

24. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ВОДА ВО ЈОДИРАНАТА СОЛ (ХИГРОСКОПНА И КРИСТАЛНА)

Определување

Во претходно исушен и тариран стаклен сад за мерење, со брусен капак, се одмерува околу 5 g мостра, така што да биде раширена по целото дно на садот. Заедно со брусениот капак садот се внесува во сушилицата и се суши на температура од 105 °C до константна маса (сушењето трае околу 3 часа). По ладење од 30 минути во ексикатор со калциумхлорид или силикагел, садот со капак се измерува.

Пресметување

Количината на вода се изразува во проценти по маса и се пресметува според следната формула:

$$\frac{b \cdot 100}{a}$$

каде што е:

b – загуба во масата на солта по сушењето, во грамови;

a – измерена количина на мострата, во грамови.

25. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МАТЕРИИ НЕРАСТВОРЛИВИ И РАСТВОРЛИВИ ВО ВОДА ВО ЈОДИРАНА СОЛ

Приготвување на мостра

За определување на материјал нерастворливи и растворливи во вода мострата се подготвува така што истата за испитување се иситнува за да може да помине низ сито со отвори од 1 mm.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МАТЕРИИ НЕРАСТВОРЛИВИ ВО ВОДА

Се одмерува 10 g јодирана сол и се раствора во 200 ml дестилирана вода. Потоа се загрева до вриење и веднаш се филтрира низ густа филтрир-хартија, која претходно е измиена со 96%-ен етанол, а потоа 20 минути се суши на температура од 150 °C и се мери.

Остатокот на филтерот се измива со врела вода до престанување на реакцијата на хлор. Потоа филтрир-хартијата со нерастворливиот остаток се суши 2 h на температура од 105 °C, се лади во ексикаторот и се мери. Филтратот се фаќа во мерно шише со зафатнина од 500 ml. Кога ќе се излади, се дополнува со дестилирана вода до ознаката и се чува за натамошно испитување.

Количината на материјал нерастворливи во вода се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$\frac{100 \cdot b}{a}$$

каде што е:

a – маса на мострата за анализа, во грамови;

b – маса на остатокот на филтрир-хартија, во грамови.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МАТЕРИИ РАСТВОРЛИВИ ВО ВОДА

Од филтратот добиен со одвојување на состојките нерастворливи во вода се определуваат следните состојки на јодираната сол SO_4^{2-} , Cl, Ca, Mg и MgCl_2 .

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЈОНИ SO_4^{2-} – ГРАВИМЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип

Принципот се заснова врз таложење на сулфатни јони во раствор на хлороводородна киселина како бариумсулфат, кој и се жари и се мери.

Реагенси

За определување на јоните на SO_4^{2-} се користат следните реагенси:

– 38%-тна хлороводородна киселина ($\sigma = 1,19 \text{ g/ml}$);

– раствор на бариумхлорид: се одмерува 122 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и се раствора во 1000 ml вода.

Определување

Се раствора 5 g мостра за испитување во 100 ml дестилирана вода во која се додадени неколку милилитри хлороводородна киселина. Сето се загрева до вриење и се додава топол раствор на бариумхлорид во мал вишок, па се остава неколку саати да се сталожи. Тогаш се профилира низ густа филтрир-хартија, се измива со врела дестилирана вода додека не исчезне реакцијата на Cl, се исушува во лонче, се жари на температура од 600 °C, се изладува во ексикатор и се мери.

$$\text{процент } \text{SO}_4^{2-} = 8,231 \cdot a$$

$$\text{процент } \text{SO}_3 = 6,86 \cdot a$$

каде што е:

a – содржина на лончето, во грамови.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЈОНИ НА ХЛОР

По определување на материјал нерастворливи во вода, од секое мерно шише се испилетира по 10 ml филтрат во конична тиквичка со зафатнина од 300 ml и се дополнува со дестилирана вода до 100 ml, се додаваат 6–7 капки 5%-ен раствор на K_2CrO_4 и се титрира со 0,1 mol (AgNO_3)/l до првата најмала промена на бојата.

Количината на хлорот се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$\frac{b \cdot 50 \cdot 0,35457}{a}$$

каде што е:

a – маса на измерената сол, во грамови;

b – потрошок на 0,1 mol (AgNO_3)/l, во милилитри.

ПРЕСМЕТУВАЊЕ НА НАТРИУМХЛОРИД

Количината на NaCl се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$5,845 \cdot a$$

каде што е:

a – број на потрошените милилитри раствор на AgNO_3 за титрација

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МАГНЕЗИУМХЛОРИД

Принцип

Методот се заснова врз екстракција на мострата за испитување со етанол и титрација со динатриуметилен диаминтетраоцетна киселина (комплексон III).

Реагенси

- За определување на магнезиумхлорид се користат следните реагенси:
- 1) етанол 96%;
 - 2) раствори за титрација:
 - а) раствор на натриумхидроксид $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$;
 - б) 0,1%-ен воден раствор на метил-портокал;
 - в) раствор на хлороводородна киселина $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$;
 - г) раствор на динатриуметилен диамин тетраоцетна киселина $c = 0,05 \text{ mol/l}$ (EDTA);
 - д) пуферен раствор $\text{pH} = 10$ ($54 \text{ g NH}_4\text{Cl} + 350 \text{ ml}$; 5%-ен раствор на NH_4OH се дополнува со дестилирана вода до 1000 ml);
 - е) ериохром-црн Т: фино се иситнува 1 g ериохром-црн со 100 g NaCl .

Определување

Се одмерува 10 g мостра, се става во шише со зафатнина од 200 ml , се додава 50 ml етанол, се затвора и матка 0 min . а потоа се филтрира. Со пипета се пренесува 25 ml филтрат во конична тиквичка, се додава 70 ml дестилирана вода 5 ml пуферен раствор и околу $0,3 \text{ g}$ смеса на индикатор и се титрира со раствор на комплексон III до промена на бојата во сино.

Пресметување

Количината на MgCl_2 се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$0,09253 \cdot a$$

каде што е:

- а – број на милилитри на потрошениот раствор при титрација на комплексон III.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КАЛЦИУМ

По определување на материите нерастворливи во вода, од филтратот се испипетира 50 ml во конична тиквичка со зафатнина од 300 ml . По додавање на $10 - 15 \text{ ml}$ $0,1 \text{ mol}(\text{NaOH})/1$ и на индикатор (мурексид и NaCl во однос $1:250$), се титрира со $0,01 \text{ mol/l}$ комплексон III до промена на бојата од црвенкаста во виолетова. Количината на Ca се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$\frac{0,04 \cdot b \cdot 100}{a}$$

каде што е:

а – количина на испитуваната сол, во грамови;

- б – број на милилитри раствор потрошен за титрација.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МАГНЕЗИУМ

По определување на материите нерастворливи во вода, од филтратот се испипетира 50 ml во конична тиквичка со зафатнина од 300 ml и се загрева на температура од 40°C , се додава 5 ml пуферен раствор и индикатор ериохром-црн Т. Потоа растворот, чијшто pH вредност е 10 , се титрира со раствор $0,01 \text{ mol}$ (комплексон III/1) до промената на бојата во светлосина.

Количината на Mg се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$\frac{(c - b) \cdot 1,22}{a}$$

каде што е:

а – количина на испитуваната сол, во грамови;

б – потрошок на раствор за титрација Ca , во милилитри;

с – потрошок на раствор за титрација на $\text{Ca} + \text{Mg}$, во милилитри.

26. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА НАТРИУМ И КАЛИУМ

Принцип и примена

Принципот се заснова врз определување на натриумот и калиумот со помош на пламен фотометар. Методот за определување на калиум и натриум се применува за добиточни хранива, хранливи додатоци и крмна смеса.

Приготвување на раствор на мостра за фотометрирање

Се одмерува околу 1 g мостра, се навлажува со сулфурна киселина (разблагана $1 + 10$), се исушува на елек-

трична плоча и се жари на температура од приближно 500°C до целосно разградување на органската материја. Остатокот се раствора со варење со 2 до 5 ml хлороводородна киселина на водена бања со додавање на 50 ml вода. Содржината на садот се префрла во чаша, се загрева до врнење и се додава амонијак до потполно таложење на железото, алуминиумот и фосфатот. Во растворот мора да има амонијак во незначителен вишок (миризба). Непосредно потоа се врши филтрирање, па талогот се измива со врела вода. Талогот, кога го има во поголеми количини, се раствора во што помалку хлороводородна киселина, повторно се таложи со амонијак и добиениот талог се измива со врела вода. Соединетите филтрати (ако е потребно) се впаруваат на помала зафатнина, се претураат во мерно шише и се дополнуваат со вода до ознаката. Во растворот се наоѓаат вкупни количини на калиум и натриум.

Определување

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КАЛИУМ

Емисиониот интензитет на калиумовиот спектар се определува со монохроматор на 768 nm (нанометар) или со употреба на некои стандардни филтри, во пламен на ацетилен и воздух или кислород, или водород и кислород. Растворот на мострата приготвен на тој начин се става во распрскувачот на инструментот, па на галванометарот се определува скршнувањето на стрелката кое треба да се најде во границите определени со баждарна крива. Во спротивно, потребно е растворот да се разблажи. Баждарната крива се определува на тој начин што $1,5829 \text{ g}$ калиумхлорид (сушен на температура од 500°C) се раствора во 1000 ml вода (1 ml раствор содржи $1 \text{ Mg K}_2\text{O}$), па од тој раствор се зема, според очекуваната содржина на калиум во мострата: $10, 20 \text{ ml}$, итн. и се разблажува со вода до 1000 ml . Со така добиените раствори на пламенфотометарот се определува интензитетот на скршнувањето на галванометарот за бранова должина од 768 nm . Добиените вредности за баждарната крива (пропустливост) се нанесуваат на милиметарска хартија, и тоа: на ординатата фотометриската вредност, а на апсцисата соодветните концентрации на стандардните раствори како K_2O во $\mu\text{g/ml}$. Низ така добиената точка се провлекува баждарната крива. Од големината на фотометриската вредност на мострата, а со помош на баждарната крива, се определува содржината на K_2O во мострата $K = 0,83013 \text{ K}_2\text{O}$.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА НАТРИУМ

Емисиониот интензитет на натриумовиот спектар се определува со монохроматор на бранова должина од $589,3 \text{ nm}$ или со користење на некои стандардни филтери: во пламен на ацетилен и воздух или кислород, гас или воздух или кислород, или водород и кислород. Растворот на мострата, приготвен како за определување на калиум, се става во распрскувач, па на галванометарот на инструментот се определува скршнувањето на стрелката, кое треба да биде во границите определени со баждарна крива.

Баждарната крива се определува на тој начин што $1,8858 \text{ g}$ натриумхлорид, кој е сушен на 180°C , се раствора во 1000 ml вода (1 ml раствор содржи $1 \text{ mg N}_2\text{O}$), па од тој раствор се зема, според очекуваната содржина на натриум во мострата: $10, 20, 30 \text{ ml}$ итн. и се разблажува со вода до 1000 ml . Во така добиените раствори се определува со пламен-фотометар интензитетот на скршнувањето за бранова должина од $589,3 \text{ nm}$. Добиените вредности за баждарната крива се нанесуваат на милиметарска хартија, и тоа: на ординатата фотометриските вредности а на апсцисата соодветните концентрации на стандардните раствори како N_2O во $\mu\text{g/ml}$. Низ така добиената точка се повлекува баждарна крива. Од големината на фотометриската вредност на мострата, со помош на баждарната крива, се определува содржината на N_2O во мострата $\text{Na} = 0,74191 \text{ N}_2\text{O}$.

27. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КАЛЦИУМ-КОМПЛЕКСО-МЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип и примена

Методот може да се применува за определување на калиум во добиточната храна: во добиточни смеси, кабата храна, концентрати и во суровини за смеси.

Забелешка: При титрацијата на мострата, растворот EDTA се додава во вишок од најмалку 5 ml, а потоа до ретитрацијата се чека најмалку половина минута за да се изврши реакцијата на Ca во присуство на фосфор. Ако во тоа време повторно се јави зелена флуоресценција, се додаваат уште најмалку 5 ml EDTA.

28. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МАГНЕЗИУМ

Примена

Методот за определување на содржината на магнезиум се применува за испитување на добиточна храна.

Определување

Се мерат 1 до 5 g мостра во платинско или порцеланско лонче и се жарат на температура од приближно 500 °C, сè додека бојата на пепелот не биде бела до сиво-бела. По жарењето, пепелот се раствора со 5 до 10 ml хлороводородна киселина, се проварува и се филтрира. Талогот се измива, а филтратот наполно испарува на водена бања и се суши во термостат 3 h на температура од 120 °C. Потоа се додаваат 2 ml хлороводородна киселина и 50 ml врела вода, се проварува и се филтрира. Талогот се измива со врела вода. Филтратот се неутрализира со амонијак (1 + 1), при што се создава пувкав талог од хидроксид на железо, алуминиум, калциум, магнезиум и фосфат. Талогот може да изостане ако споменатите елементи се наоѓаат во помали количини. Потребната количина на амонијак се определува по миризбата или со додавање на индикатор (метил-црвено).

Во неутрализиран раствор се додава 1 ml (разблажена 1 + 1) оцетна киселина (калциум и магнезиум фосфатот се раствораат) и 5 g натриум ацетат или амониум ацетат. Растворот се загрева до температура од 80 °C, па, ако е потребно, се додава капка по капка 10%-ен раствор на ферихлорид (FeCl₃). Потребната количина на ферихлорид се определува со промена на бојата на талогот што настанува со додавање на ферихлорид во растворот. Штом ќе почне да се создава црвено-костенлив талог, треба да се престане со додавање на ферихлорид и целата количина на фосфат се отстранува.

По неколку минути талогот се отстранува со филтрирање преку филтрир-хартија, па талогот се мие со врел раствор на амониум-ацетат. Во бистриот филтрат се додава 10 ml заситен раствор на амониум оксалат ((NH₄)₂C₂O₄) и 1 до 2 капки индикатор (метил-црвено). Филтратот се загрева скоро до врнење и постепено се неутрализира со амонијак, додека црвената боја на индикаторот не премине во жолта боја. Потоа се остава 4 h на врела водена бања, а потоа издвоенiot талог се филтрира. Талогот и филтратот се измиваат со врела вода.

Филтратот и водата, по миењето на талогот, наполно се впаруваат со додавање на 3 ml азотна киселина, па потоа амонијачните пари се отстрануваат со внимателно загревање. Остатокот се раствора во 5 ml хлороводородна киселина и се додава дестилирана вода приближно до 100 ml. Потоа се додава 5 ml 10%-ен раствор на натриум-цитрат и 10 ml 10%-ен раствор на амониум фосфат ((NH₄)₂HPO₄) или толку да се исталожи сиот магнезиум. Потоа се долива амонијак (разблажен 1 + 4), при постојано мешање со стаклено стапче, додека растворот не стане алкален и додека не почне да се создава талог на амониум фосфат. Тогаш нагло се додаваат 25 ml амонијак (1 + 4) и се меша до целосно таложее на магнезиумот. Талогот се остава преку ноќ на ладно, па потоа се филтрира преку филтрир-хартија. Добениот талог се измива со ладен амонијак (1 + 10) додека водата по миењето не почне повеќе да реагира на хлориди. Талогот потоа се жари на температура од 900 до 1000 °C, се лади во ексикатор и се мери како магнезиум пиррофосфат (Mg₂P₂O₇).

Пресметување

Количината на MgO се изразува во проценти и се пресметува по следната формула:

$$\frac{b \cdot 0,36226}{m} \cdot 100$$

каде што е:

- b - маса на добиениот талог, во грамови;
- m - маса на испитуваната мостра, во грамови;
- 0,36226 - фактор за пресметување на MgO од Mg₂O₂O₇.

29. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ВКУПНИОТ ФОСФОР - СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип и примена

Методот се применува при утврдување на вкупната содржина на фосфор за сите видови добиточна храна.

Принципот се заснова врз изгорување на мострата (кога храната е од органско потекло) или со влажно запалување (кога храната е од минерално потекло), а потоа врз растварање во кисел раствор. Растворот се третира со молибден-ванадатен реагенс и апсорбацијата на добиениот жолт раствор се мери со спектрофотометар на бранова должина од 430 nm.

Реагенси

За определување на содржината на вкупниот фосфор се потребни следните реагенси, на чистота *pro analysi* и дестилирана вода:

- 1) калциум карбонат;
- 2) хлороводородна киселина c(HCl) = 6 mol/l;
- 3) азотна киселина c(HNO₃) = 1 mol/l;
- 4) азотна киселина, ρ₂₀ = 1,38 g/ml;
- 5) сулфурна киселина, ρ₂₀ = 1,84 g/ml;
- 6) молибден ванадатен реагенс: во одмерна тиквичка со зафатнина од 1 l се измешуваат 200 ml раствор на амониум хептомолибдат, 200 ml раствор на амониум монованадат и 135 ml азотна киселина (ρ₂₀ = 1,38 g/ml) и до ознаката се дополнува со дестилирана вода;
- 7) раствор на амониум хептомолибдат: во врела дестилирана вода се раствораат 100 g хептомолибдат-тетрахидрат ((NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O), се додаваат 10 ml амониум хидроксид (ρ₂₀ = 0,91 g/ml) и до 1 l се дополнува со дестилирана вода;
- 8) раствор на амониум монованадат: во 400 ml врела вода се раствораат 2,35 g амониум монованадат (NH₄VO₃), потоа при постојано мешање постепено се додаваат 20 ml разблажена азотна киселина (7 ml азотна киселина (ρ₂₀ = 1,38 g/ml + 13 ml дестилирана вода) и се дополнува со дестилирана вода до 1 l;
- 9) стандарден раствор на фосфор кој содржи 1 mg фосфор/ml: во одмерна тиквичка со зафатнина од 1 l се раствораат во дестилирана вода 4,367 g калциум-дихидроген-фосфат (KH₂PO₄) и до ознаката се дополнува со дестилирана вода.

Апаратура и прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема, потребен е и следниот прибор:

- 1) лонче за жарење од порцелан или кварц;
- 2) електрична муфолна печка со регулација на 550 ± 20 °C;
- 3) кјелдал-тиквичка со зафатнина од 250 ml;
- 4) одмерни тиквички, со зафатнина од 500 и 1000 ml;
- 5) пипети, градуирани;
- 6) спектрофотометар со кивети, со зафатнина од 10 ml;
- 7) стаклени цевки, со капацитет од 25 до 30 ml, снабдени со стаклени затиначи;
- 8) аналитичка вага;
- 9) песочна бања;
- 10) чаша со зафатнина од 250 ml.

Определување

Подготвување на раствор за испитување

Зависно од природата на мостата, растворот за испитување се подготвува според долунаведените услови (суво изгорување на мострата или влажно изгорување).

Суво изгорување на мостра (за моистри што содржат органска материја и од кои по изгорувањето до суво се добива нерастворлив остаток)

Во лончето за жареење се мерат околу 2,5 g мостра, со точност од 0,001 g. Одмерената количина на мостра добро се измешува со 1 g калциум карбонат и се изгорува во муфолна печка на температура 550 ± 20 °C се додека не се добие бел или сив пепел.

Пепелот се пренесува во чаша со зафатнина од 250 ml, се додаваат 20 ml вода и хлороводородна киселина до целосна неутрализација. Потоа се додаваат уште 10 ml 6 mol/l хлороводородна киселина, а чашата се става на песочна бања и се испарува до сув остаток за да се добие нерастворлив песок. Потоа се остава да се лади. На остатокот му се додаваат 10 ml mol/l азотна киселина и се става на песочна бања да врие 5 минути. Течноста се декантира во одмерна тиквичка со зафатнина од 500 ml, при што чашата се измива повеќе пати со врела вода, се остава да се излади, се дополнува со вода до ознаката, се промешува и се филтрира.

Влажно изгорување на мостра (за моистри од минерално потекло и моистри во течна состојба)

Се измерува 1 g мостра за испитување со точност од 0,001 g и се пренесува во кјелдал-тиквичка со зафатнина од 250 ml, се додаваат 20 ml сулфурна киселина и се проматкува така што мострата напивно да ја прекрие киселината и да се спречи лепење за ѕидовите на тиквичката. Тиквичката со содржината се загрева до вриење и содржината врие 10 min. Потоа се остава постепено да се лади, се додаваат 2 ml азотна киселина ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml) и постепено се загрева, повторно постепено се лади и пак се додава малку азотна киселина ($= 1,38$ g/ml), па така се загрева до вриење.

Таа постапка се повторува се додека не се добие обезбоен раствор.

Растворот се лади, се додава малку дестилирана вода и течноста со декантација се пренесува во одмерен сад со зафатнина од 500 ml, при што Кјелдал-тиквичка семие со врела дестилирана вода.

Растворот во одмерната тиквичка се лади, потоа до ознаката се дополнува со дестилирана вода, се проматкува и се филтрира.

Развивање на боја и мерење на апсорбација

Се зема аликвотен дел од филтратот добиен со постапката за подготвување на раствор за испитување за да се добие концентрација на фосфор најмногу од 40 $\mu\text{g/ml}$.

10 ml од овој раствор се пренесуваат во цевка за определување и се додаваат 10 ml молибден-ванадатен реагенс, се проматкува и се остава 10 min на собна температура. Потоа на спектрофотометарот се мери апсорбацијата на бојосаниот раствор на бранова должина од 430 nm, во однос на слепата проба.

Забелешка На истата мостра се вршат две определувања.

Подготвување на стандардна крива линија

За подготвување на стандардна крива линија се користат стандардни раствори на фосфор, кои натаму се подготвуваат така што да содржат 5; 10; 20; 30 и 40 μg фосфор/ml.

Од секој раствор се земаат 10 ml и на секој му се додаваат 10 ml молибдованадатен реагенс, растворот се проматкуваат и оставаат најмалку 10 min на собна температура, а потоа апсорбацијата се мери спектрофотометриски.

Се нацртува стандардна крива линија, при што на ординатата, се нанесува вредноста на апсорбацијата а на апсисата-соодветната концентрација на фосфор во $\mu\text{g/ml}$.

Слепа проба

Паралелно со определувањето се подготвува и слепа проба, при што се користи истата постапка и истите количини на сите реагенси, но без мостра.

Пресметување

Содржината на вкупниот фосфор се изразува во проценти по маса и се пресметува според следната формула:

$$\frac{X \cdot 500 \cdot F \cdot 100}{m \cdot 10^6} = \frac{X \cdot F}{20 \cdot m}$$

каде што е:

X – содржина на фосфор во $\mu\text{g/ml}$ во разблажениот аликвотен дел на растворот на мострата, прочитан од стандардната крива линија;

m – маса на мострата која е земена за подготвување на растворот за испитување, во грамови;

F – реципрочен фактор на разблажување за аликвотен дел во постапката на развивање на бојата и мерење на апсорбацијата.

Како резултат се зема аритметичката средина на резултатите од две паралелни определување ако се задоволени условите за повторливост.

Резултатот не смее да се разликува повеќе од: 0,01% (m/m) фосфор – за содржина на фосфор помала од 3% (m/m);

0,1% (m/m) фосфор – за содржина на фосфор еднаква или поголема од 3% (m/m).

Повторливост

Разликата меѓу резултатите на две паралелни определувања што истовремено или непосредно едно по друго ги извел ист аналитичар смее да биде поголема од:

3% (релативна вредност) – за содржина на фосфор еднаква на 5% или поголема од 5% (m/m);

0,15% (апсолутна вредност) – за содржина на фосфор еднаква на 5% или поголема од 5% (m/m).

30. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА СУЛФУР

Принцип и примена

Принципот се заснова врз определување на сулфур со оксидација на испитуваната мостра со магнезиум нитрат.

Методот за определување на сулфур се применува при испитување на добиточни хранива, хранливи додатоци и крмни смеси.

Реагенси

За определување на содржината на сулфур се потребни следните реагенси:

1) раствор на магнезиум нитрат: се одмеруваат 15 g MgO и се додаваат 85 g HNO_3 , а потоа се разблажува со вода во однос 1:1;

2) концентрирана хлороводородна киселина;

3) 10%-ен раствор на бариум хлорид.

Апаратура и прибор

Покрај вообичаената лабораториска опрема, се користат и:

1) порцеланско лонче;

2) водена бања;

3) печка за жареење;

4) стаклена чаша со зафатнина од 250 ml;

5) мерно шише со зафатнина од 250 ml.

Подготвување на мостра

Се одмерува 1 g мостра во порцеланско лонче се додаваат 7,5 ml раствор на магнезиум нитрат и добро се измешува. Порцеланското лонче со мострата се става на водена бања и се додава капка по капка хлороводородна киселина додека реакцијата не се заврши, па топлото лонче се префрла во ладна печка за жареење и постепено се загрева до температура од 500°C, целосна оксидација на органските материји на мострата. Лончето потоа се вади од печката и се остава да се излади, а содржината се префрла во чаша со зафатнина од 250 ml и се додава доволна количина на вода и хлороводородна киселина во мал вишок. Растворот се загрева до вриење и се филтрира, а талогот добро се измива. Филтратот се префрла во мерно шише со зафатнина од 250 ml, се дополнува со вода до ознаката, па

зо аликвотниот дел се определува сулфурот како што е наведено во постапката на определување.

Определување

Во аликвотниот дел на филтратот (10 до 200 ml) се определува сулфурот со таложење. Аликвотниот дел се отпипетира во чаша и се додава вода до 200 ml, а потоа и толку хлороводородна киселина така што во растворот да има уште околу 0,5 ml слободна хлороводородна киселина. Потоа се загрева до вриење и се додаваат 10 ml 10%-ен раствор на бариум хлорид при константно мешање. Варењето се продолжува уште 5 min, па се остава 5 h или подолго да се таложи на водена бања. Талогот на бариум-сулфат ($BaSO_4$) се филтрира низ густа филтрир-хартија и се исплакнува со врела вода се додека по исплакнувањето на талогот водата не престане да покажува реакција на хлориди. Талогот потоа се префрла во жарено и измерено порцеланско лонче, се суши, се жари на што пониска температура, се лади во ексикатор и повторно се мери како $BaSO_4$.

Пресметување

Количината на сулфур се изразува во проценти и се пресметува според следната формула:

$$\frac{b \cdot 0,1374}{m} \cdot 100$$

каде што е:

m - маса на испитуваната мостра, во грамови;
b - маса на $BaSO_4$, во грамови.

31. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ХЛОР

Принцип и примена

За определување на хлор се применуваат две постапки, и тоа: за определување на вкупниот хлор - гравиметриски метод, а за определување на растворлив хлор - титриметриски метод.

Постапките на определување на хлор се применуваат при определување хлор на добиточни хранива, хранливи додатоци и крмни смеси.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ВКУПЕН ХЛОР

Определување

Се одмерува 5 g мостра за испитување во платинско лонче, се навлажува со 20 ml 5%-ен раствор на натријум-карбонат, се впарува до суво и се жари на што пониска температура, околу 500°C. Пепелот со бела до сиво-бела боја се екстрахира со врела вода, се филтрира и се мие. Ако остане поголема количина на нерастворлив пепел, тогаш пепелот заедно со филтрир-хартијата, повторно се враќа во платинското ланче и се жари на иста температура. Пепелот се раствора во неклку милилитри азотна киселина (1 + 4), со филтрација се одвојува од нерастворливиот дел, се мие и му се додава на водениот екстракт.

Во растворот на азотна киселина се додава 10%-ен раствор на $AgNO_3$ во мал вишок. Растворот се загрева до вриење, се остава на темно место до целосна коагулација на талогот ($AgCl$) и се филтрира преку лонче за филтрирање, а талогот се мие со врела вода до отстранување на вишокот на $AgNO_3$. Талогот на $AgCl$ се суши на температура од 140 до 150°C, се лади и се мери.

Пресметување

Количината на вкупниот хлор се изразува во проценти и се пресметува според следната формула:

$$\frac{0,24737 b}{m} \cdot 100$$

каде што е:

m - маса на испитуваната мостра, во грамови;
b - маса на најдениот $AgCl$, во грамови.

ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА РАСТВОРЛИВ ХЛОР

Реагенси

За определување на содржината на хлор се потребни следните реагенси:

1) раствор на калиумхлорид: KCl се суши на температура од 500°C во печка за жарење до константна маса, па 2,1026 g се раствори и се разблажува со вода до 1000 ml; растворот содржи 0,001 g Cl/ml ;

2) растворот на сребронитрат: се одмерува 5 g $AgNO_3$ и се раствора во 1000 ml вода и се дотерува така што 1 ml од тој раствор да биде еквивалентен на 1 ml стандарден раствор на KCl (со титрација);

3) раствор на калиумроданид: се одмерува 2,5 g $KCNS$ се раствора во 1000 ml вода и се дотерува така што 1 ml од тој раствор да одговара на 1 ml раствор на $AgNO_3$; 40 до 50 ml раствор на средронитрат се титрира со индикатор ферисулфат и 5 ml HNO_3 (1 + 1) со раствор на роданид, додека растворот по силно маткање; не стане бледо-розиов;

4) раствор на ферисулфат: се одмерува 6 g $Fe_2(SO_4)_3 \cdot H_2O$ и се раствора во дестилирана вода, па во мерното шише се додава вода до 100 ml;

5) раствор на индикатор ферисулфат: во 25%-ен раствор на ферисулфат $Fe_2(SO_4)_3 \cdot H_2O$ се додава еднаква зафатнина на HNO_3 .

Определување

Во коична тиквичка со зафатнина од 300 ml се одмеруваат 2 до 5 g мостра за испитување и се пипета се додаваат 50 ml раствор на $Fe_2(SO_4)_3$. За време на додавањето на ферисулфатот растворот полака се меша за да се спречи згрутчување на мострата и да се олесни растворањето на хлоридите. Потоа со пипета се додаваат 100 ml амонијак (разблажен 1 + 19) и повторно полака се меша, бидејќи растворот многу тешко ќе се филтрира ако се матка. Растворот се остава 10 min да се сталожи, а потоа се филтрира низ филтрир-хартија со мала густина. Во 50 ml аликвотен дел во мостра со 0 до 2% Cl или во 25 ml во мостра со повеќе од 2% хлор, хлорот се определува со титрација. Ако ни приближната количина на хлор во мострата не е позната треба да се земе 10 ml филтрат заради експериментална титрација. Во тој филтрат се дава 10 ml HNO_3 + 10 ml $Fe_2(SO_4)_3$ (како индикатор) и се разблажува до 50 ml.

Потоа се додава 0,5 ml раствор на калиумроданид ($KCNS$) и, непосредно со мешање, толку раствор на $AgNO_3$ да се елимира црвената бојосаност. Од таа приближна титрација се определува приближната зафатнина на растворот на сребронитрат за целосно таложење на хлорот. Во аликвотниот дел, кој ќе се земе за титрација, потребен е вишок од приближно 10%-ен раствор на азотна киселина, иако и малку поголем додаток не влијае врз резултатот. Потребно е да се земе најмалку 10 ml раствор на $AgNO_3$.

Во аликвотниот дел, во чашата со зафатнина од 250 ml, се додава 10 ml раствор на сребронитрат и 10 ml ферисулфат како индикатор. Потоа, со мешање се додава пресметаната зафатнина на растворот на сребронитрат, се загрева до вриење и се остава да се излади до собна температура, со мешање за да коагулира талогот. Вишокот на сребронитрат се титрира со калиумроданид. Загрината точка е индицирана со појава на црвена боја која е постојана 15 секунди.

Еден милилитар потрошен раствор на 0,1 mol/l сребронитрат одговора на 1 ml хлор.

32. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЈОД

Примена

Методот за определување на јод се применува за испитување на јод во добиточни хранива, хранливи додатоци и крмни смеси.

Апарати и прибор

Освен вообичаената лабораториска опрема се користат и:

1) печка за изгорување (сл. 5 во прилогот): од железен лим се прави цилиндар (1) со димензии дадени на сликата, со отвор на врвот кој е широк толку што во него да може

да се стави лонче од никел (2), со зафатнина од 100 ml. Под врвот на цилиндарот се монтира тркалезна лимена плоча (3), која ги спречува гасовите на пламенот директно да ги движат сидовите на никелното лонче. При дното на цилиндерот се направи долг тесен отвор (4) низ кој се става пламеник. Незначително под горниот раб на цилиндерот се прават на обвивката осум отвори (5) за слободно испуштање на гасовите што се создаваат при согорувањето.

Реагенси

За определување на содржината на јод се потребни следните реагенси:

1) 20%-ен раствор на редуцирана фосфорна киселина: нечистотиите во фосфорната киселина H_3PO_4 се редуцираа со разблажување на 85%-на киселина со 4 зафатнини вода и со краткотрајно варење со алуминиумски ливчина;

2) $c(Na_2S_2O_3) = 0,005 \text{ mol/l}$ раствор на натриумтисулфат: во чаша со зафатнина од 25 ml се испипетира 25 ml раствор кој содржи 0,1300 g $KJ/1000 \text{ ml}$, се додава 200 ml H_2O , 5 ml 20%-ен раствор на $NaHSO_3$ и 2 или 3 g $NaOH$, па се неутрализира со H_3PO_4 и се додава 1 ml во вишок. За да се определи бројот на милиграми на јод кој е еквивалентен со добиениот раствор на $Na_2S_2O_3$ се применува следната формула:

$$f = \frac{2,5}{\text{ml } 0,05 \text{ mol/l раствор на } Na_2S_2O_3}$$

Растворот на натриумтисулфат треба да се приготви истиот ден кога се врши определување на јод во мострата.

Определување

Се одмерува 20 g $NaOH$ и 10 g KNO_3 во никлено лонче, заедно се растулува и потоа се лади. На врвот на истопената маса се мери 1 до 10 g мостра, која потоа се навлажува со 5 ml $NaOH$ (1 + 1) и 10 ml 80%-ен етанол. Лончето се става на ладна електрична плоча, на која што со постепено загревање етанолот испарува. Темелно загревање на масата е потребно за да се избегне дополнително испарување и загуба на јод. Лончето потоа се става во печка подготвена за согорување и почнува внимателно загревање. Ако реакцијата стане многу бурна, лончето се отстранува од печката и некое време се остава да се лади, а потоа продолжува внимателно да се загрева. Кога истопената маса наполно ќе се смири, со наклонување на лончето ќе се соберат од страна и оние честички на мострата кои не реагирале. Во лончето се ставаат неколку кристали на KNO_3 додека не престане натамошно создавање на гасови, а потоа страните на лончето се измиваат (со наклонување на лончето).

Лончето на крајот се извлекува од печката, се лади, се става во чаша со зафатнина од 600 ml и се додава толку вода да биде покриено. Содржината на лончето се загрева кратко време, но толку да не дојде до вриење. Растворот се остава преку ноќ, а лончето се измива и се отстранува. Растворот се неутрализира со додавање на 10 ml концентрирана H_3PO_4 , се остава 3 до 4 h на водена бања со повремено мешање, за да се раствори јодот наполно. Чашата се лади, нерастворениот дел се отстранува со филтрирање и талогот се измива со ладна вода. Зафатнината на филтратот во чаша од 800 ml се дотерува приближно на 600 ml.

Растворот треба да биде безбоен и бистар.

Нитратите кои пречат за титрација се разлагаат со 10 ml 20%-ен раствор на $NaNO_3$. Растворот се проварува, од бирета му се додаваат околу 30 ml концентриран раствор на H_3PO_4 , исто така се додаваат неколку капки метил-портокал, се продолжува со додавање на H_3PO_4 до неутрализација и, најпосле, се додаваат 1,5 ml H_3PO_4 во вишок. Вкупната потребна количина на H_3PO_4 малку е помала од 35 ml освен кога процесот се води така што KNO_3 да бил редуциран со поголеми количества на органска сулфаниција во K_2CO_3 . Вишок на киселина треба да се одбегнува бидејќи дава ниски резултати. Киселината треба да се долгаа релативно брзо, бидејќи бојата на метил-портокалот со време се губи со оглед на нецелосното разгладување на нитратот.

По неутрализирањето зафатнината се впарува со варење, кое трае 20 min. Потоа се додава малку бромна вода

и се вари додека растворот не стане трајно жолт, варењето се продолжува до безбојност, а потоа се вари уште 1 min. Во растворот потоа се додаваат неколку капки салицилна киселина за да се отстранат последните траги на бром, растворот се лади, се додаваат 5 ml 20%-ен редуциран раствор на H_3PO_4 и 0,5 до 1 g KJ . Растворот се титрира со 0,005 mol/l раствор на $Na_2S_2O_3$ со додавање на раствор на скроб. Зафатнината на растворот по завршување то на титрирањето треба да изнесува 400 до 500 ml.

Пресметување

Количината на јод се изразува во милиграми, а се пресметува според следната формула:

$$f \cdot a$$

каде што е:

f – фактор за пресметување на 0,005 mol/l раствор на $Na_2S_2O_3$ (ml) во јод (mg),

a – број на потрошени ml 0,005 mol/l раствор на $Na_2S_2O_3$

33. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МИКРОЕЛЕМЕНТИ – СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип и примена

За определување на микроелементи на железо, манган, кобалт, цинк и бакар се применува спектрофотометриски метод. Тоа определување се врши за сите видови на добиточна храна.

Подготвување на мостри

При земањето и ситнењето на мострите за испитување не смее да се користи опрема која по површината корозира или се насираат траги на општетување.

Изгорување

За определување на микроелементи, мострата за испитување се согорува на температура од 450 до 500°C, за да не дојде до загуби или до создавање на нерастворливи соединенија со кислородот од воздухот или со сидовите на садот во кој се врши изгорување. За изгорување се користат платински, кварцни или порцелански садови чија површина треба да биде мазна и глазирана.

Подготвување на раствор за анализа

Се одмерува 10 g мостра за анализа и се изгорува на температура од 450 – 500°C додека не се добие остаток без јаглерод (3 до 6 ч). Завршувањето на изгорувањето се определува според бојата на пепелот. Остатокот квантитативно се пренесува во чаша со зафатнина од 600 ml. Мострите кои не се од органско потекло не се изгоруваат. Чашата се поклопува со сасатно стакло, внимателно се додава концентрирана хлороводородна киселина. Со помош на стаклено стапче се прави каша и се држи на водена бања додека сета киселина не испари. Евентуалниот остаток на киселина се отстранува на песочна бања.

На добиениот остаток во чашата му се додава 60 ml концентрирана хлороводородна киселина и 300 ml вода па потоа најмалку 30 min се држи на вриена водена бања. Потоа се филтрира низ густа филтрир-хартија во одмерен сад со зафатнина од 500 ml. Чашата и филтрир-хартија добро се измиваат со вода, а одмерниот сад до ознаката се пополнува. Така подготвениот раствор се користи за определување на микроелементи.

34. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МАНГАН – СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип и примена

Методот се заснова врз оксидација на безбоен манган $Mn(II)$ во црвено-виолетен бојосан манган. Како оксидационо средство се користи перјодан или персулфат, со сребронитрат како катализатор. Со сулфарна и азотна киселина се отстрануваат хлоридите, редуцирачките супстанции и малите количини на органски материји, а влијанието на тривалентното железо се отстранува со додавање на ортофосфорна киселина.

Во минералните смеси во кои се застапени големи количини на хлориди се користи перјодат како оксидационо средство.

Реагенси

За определување на содржината на манган се потребни следните реагенси:

- 1) стандарден раствор на $MnSO_4 \cdot H_2O$: се раствора 3,077 g $MnSO_4 \cdot H_2O$ во 0,1 mol/l ($\frac{1}{2} H_2SO_4$)/l и до 1000 ml се пополнува со сулфурна киселина со иста концентрација:
 - 1 ml = 0,1 mg Mn;
 - 2) раствор на сулфурна киселина 5 : 100 (V/V)
- Во многу мали количини на манган концентрацијата а сулфурна киселина треба да изнесува $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 1$ mol/l, а за поголема содржина на манган - концентрација а сулфурна киселина $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 1,75$ mol/l;
- 3) концентрирана сулфурна киселина ($\rho = 1,84$ g/ml);
- 4) концентрирана азотна киселина ($\rho = 1,40$ g/ml);
- 5) раствор на ортофосфорна киселина, 85%-ен;
- 6) калиум перјодат.

Забелешка. Перјодатот е погоден за определување на манган во минерални смеси. Недостатокот на персулфатот е во тоа што создава талог и калиум сулфат, а може евентуално да создаде колоиден среброхлорид. Црвената боја настаната со оксидација на персулфатот се губи по 24 часа, а бојата настаната со оксидација на перјодатот е постојана еден месец.

Определување

Во порцеланска шолја се одмерува 25 до 100 ml раствор подготвен за анализа (метод 33 од овој правилник) - (со содржина на манган 0,05 до 0,5 mg), се додава 2 ml концентрирана сулфурна киселина и 1 ml концентрирана азотна киселина. Шолјата се става на врела бања течноста да испари и потоа се држи во сушилница на 140°C во текот на еден час, додека не се отстрани миризбата на киселини.

На остатокот во шолјата му се додава 25 ml вода, се загрева и се филтрира низ филтрир-хартија во конична тиквичка со зафатнина од 100 ml, а шолјата и остатокот на филтрир-хартија се третираат со 15 ml разблажена сулфурна киселина (5 : 100 V/V). Потоа во коничната тиквичка се додава 2 ml 85%-на ортофосфорна киселина и колу 0,5 g калиум перјодат па содржината се загрева до врнење. Коничната тиквичка, поклопена со саатно стакло, се остава 1 h на водена бања која интензивно врне. По ладењето, растворот се пренесува во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml и се дополнува со вода до ознаката. Добро се мешува и бојата се мери на 525 nm во однос на слепата проба.

Стандардната крива линија се подготвува од стандарден раствор на $MnSO_4 \cdot H_2O$ чиј 1 ml содржи 0,1 mg Mn. Се зема 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 ml се пренесува во конична тиквичка, се додава 2 ml сулфурна киселина, околу 2 ml вода, 2 ml ортофосфорна киселина и натаму се постапува како што се постапува со растворот на кој му се мери бојата на 525 nm.

35. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КОБАЛТ - СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип и примена

Кобалтот гради со 2-нитрозо-1-нафтол црвено обоен комплекс кој се раствора во органски растворувачи. Вишокот на реагенс се отстранува со маткање на екстрактот на толуол разблажен со натриум-хидроксид кој не влијае на кобалтнитрозо-комплексите. Тривалентното железо, кое со 2-нитрозо-нафтол гради кафеав талог, се маскира со цитрат. Минералните смеси кои содржат бакар, кој исто така дава реакција со нитрозо-нафтол можат да се анализираат до односот кобалт-бакар 1 : 150.

Реагенси

За определување на содржината на кобалтот се потребни следните реагенси:

- 1) стандарден раствор на кобалт: се раствара 0,4769 g $COSO_4 \cdot 7H_2O$ во 0,1 mol (HCl)/l и се дополнува со киселина до 1000 ml/1 ml = 0,1 mg Co). Од тој раствор се отпипетираат 10 ml во одмерен сад со зафатнина од 500 ml и се

дополнува со раствор од 0,1 mol (HCl)/l до ознаката (1 ml = 2 μ g Co).

- 2) 1%-тен раствор на 2-нитрозо-1-нафтол во метанол (m/V).

Поради стоење на растворот, дел од нитрозосоединенијата, во присуство на кислород од воздухот преминува во интросоединение и слепата проба дава високи вредности, така што приготвениот раствор секогаш мора да биде свеж.

Освен тоа, трговскиот препарат не е доволно чист и треба да се пречисти на тој начин што 10 g од препаратот се раствора во 400 ml врела вода, се остава да се олади и сталожените кристали се сушат на температура од 70°C во вакуум;

- 3) 50%-ен диамониум-хидрогенцитрат (m/V);
- 4) раствор на натриум-хидроксид $c(NaOH) = 2$ mol/l;
- 5) толуол.

Определување

Во тиквичка за јоден број се одмеруваат 10 до 50 ml раствор за анализа (методот 33 на овој правилник) со содржина на Co до 50 μ g и се додава вода до 50 ml. Растворот се третира со 10 до 20 ml 50%-тен амониумцитратен раствор, а со помош на растворот на 2 mol (NaOH)/l pH вредности се дотерува на 6,7 до 6,8. Потоа се додава 1 ml 1%-тен нитрозо-нафтол, и растворот се остава 90 min на темно место. Се додаваат 20 ml толуол и се проматкува а суспензијата веднаш се пренесува во инка за одвојување и силно се матка 5 min. По одвојувањето на фазите, се испушта водениот слој, чепот и сидовите се измиваат со вода, се испушта водата, а потоа се додаваат 25 ml раствор на 2 mol (NaOH)/l и се проматкува. Потоа се испушта натриум-хидроксидот, чепот и сидовите повторно се измиваат со вода, водата се испушта и екстракцијата со хидроксидот се повторува со силно маткање 5 min. По испуштањето на водениот слој се зема екстрактот на толуол во кивета со должина од 2 cm, и спектрофотометрира во однос на слепата проба на 530 nm.

За приготвување на стандардна крива линија се зема 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0 и 20,0 ml стандарден раствор, кој во милилитар содржи 2 μ g Co во тиквичка за јоден број, се дополнува со вода до 50 ml и натаму се постапува како што е наведено во постапката за определување.

36. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЖЕЛЕЗО - СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип

Во аликвотниот дел на растворот приготвен за анализа (метод 33 на овој правилник), тривалентното железо се преведува во двовалентно со помош на хидроксиламин-хлорхидрат, на растворот со помош на натриумацетат pH вредноста се дотерува на 3,5 и со 1,10-фенантролин се наградува комплекс со црвена боја, кој се фотометрира.

Реагенси

За определување на железо се користат следните реагенси:

- 1) 10%-тен раствор на хидроксиламин-хлорхидрат: се одмеруваат 10 g $NH_2OH \cdot HCl$, се раствораат во вода и се дополнува со вода до 100 ml. Се чува во фрижидер;
- 2) растворот на натриумацетат $c(CH_3COONa \cdot 3H_2O) = 4$ mol/l : 544 g $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ се раствора во вода и се дополнува со вода до 100 ml;
- 3) пуфрен раствор: 3,5 ml 4 mol $(CH_3COONa \cdot 3H_2O)/l$ се дополнува со разблажена оцетна киселина до 100 ml (115 ml глацијална оцетна киселина се разблажува со вода до 1 литар), а потоа се разблажува со вода до 1000 ml.
- 4) 1,10-фенантролин: се одмерува 0,2 g 1,10-фенантролин-монохидрат и се раствора во 100 ml ладна вода. Растворот треба да е безбоен и да се чува во фрижидер;
- 5) раствор на хлороводородна киселина $c(HCl) = 2$ mol/l;
- 6) концентрирана хлороводородна киселина ($\rho = 1,19$ g/ml);
- 7) стандарден раствор на железо: се раствара 0,8635 g $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ во вода, се додаваат 100 ml концентрирана хлороводородна киселина ($\rho = 1,19$ g/ml) и се до-

попиува со вода до 1000 ml (1 ml одговара на 100 µg железо). Од тој раствор се отпиетираат 50 ml во одмерен сад со зафатнина од 250 ml и се дополнува со вода до ознаката (1 ml така разблажен: раствор одговара на 20 µg железо и секогаш се приготвува непосредно пред употребата).

Определување

Во одмерниот сад со зафатнина од 100 ml се одмерува аликвотниот дел на растворот приготвен за анализа (методот 33 на овој правилник) со содржина на железо до 0,4 mg, се додава раствор од 2 mol (HCl)/1 така што вкупната азафатнина да биде околу 30 ml, потоа 1 ml хидроксиламин-хлорхидрат се проматкува и се остава најмалку 2 минути. Потоа со помош на 4 mol (CH₃COONa 3H₂O) 1 pH вредност се дотерува на приближно 3,5. Ако растворот се замати поради големото присуство на калциум во фосфорот се додаваат уште неколку милилитри 2 mol (HCl)/1 и pH вредност повторно се дотерува на 3,5. Потоа се додаваат 10 ml 1,10-фенантролин и со пуфер се дополнува до ознаката, се проматкува и се остава 2 h.

Се мери екстинкцијата на 510 nm во кивета со должина од 1 cm во однос на слепата проба, која содржи само реагенс.

За подготвување на стандардна крива се зема 0, 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20 ml разблажен стандарден раствор во одмерлив сад со зафатнина од 100 ml, се дополнува до 30 ml 2 mol(HCl)/1 и се постапува како што е утврдено во постапката на определување.

37. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЦИНК - СПЕКТРОФОТО-МЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип

Во неутрален или слабо алкален раствор цинк со дитизон (дифенил-тиокарбазон) гради црвено обоен комплекс кој се екстрахира со хлороформ или јаглен-тетрахлорид. Екстракцијата на јаглен-тетрахлорид е побрза отколку екстракцијата со хлороформ. Методот на определување преку мешана боја во однос на една боја е поедноставен и поточен, па цинкот најпрво се изолира, штo се постигнува со разлагање на цинкдитизонат во разблажена хлороводородна киселина, со додавање на натриум-диетилдитиокарбанат.

Реагенси

За подготвување на раствори мораат да се користат бидестилирана вода и бидестилиран амонијак. Освен тоа се користат и следните реагенси:

1) стандарден раствор ZnSO₄ · 7H₂O: се одмеруваат 0,4398 g ZnSO₄ · 7H₂O и се растворуваат во 0,1 mol (HCl)/1 и се дополнува со хлороводородна киселина до 1000 ml (1 ml = 0,1 mg Zn). Од тој раствор со пипета се одмеруваат 50 ml во одмерна тиквичка со зафатнина од 500 ml и се дополнува до ознаката со 0,1 mol (HCl)/1 (1 ml = 0,01 mg Zn);

2) 0,01 процентен раствор на дифенил-дитиокарбазон во јаглентетрахлорид (m/V);

3) 10 процентен (m/V) раствор на диамониум-хидрокарбазон, толку долго третиран со раствор на 0,01% (m/V) дитизон додека јаглен-тетрахлоридниот слој не стане зелен;

4) раствор на монохидрат на лимонска киселина: се растворуваат 210 g монохидрат на лимонска киселина во приближно 600 ml вода, се додаваат 350 ml 10 mol (NH₃)/1 и со вода се дополнува до ознаката (pH вредност 9,4). Растворот се чува во полиетиленско шише и е постојан седум дена;

5) 0,25% - тен раствор на натриум-диетилдитиокарбамат, кој се подготвува непосредно пред употребата (m/V);

6) мешан раствор: во 100 ml приготвен раствор на монохидрат на лимонска киселина, се додаваат околу 300 ml вода, 50 ml приготвен раствор на 0,25%-тен (m/V) натриум-диетилдитиокарбамат и се дополнува со вода до 500 ml;

7) бидестилиран раствор на хлороводородна киселина, c(HCl) = 0,1 mol/l;

8) бидестилиран раствор на хлороводородна киселина, c(HCl) = 0,02 mol/l;

9) 0,02%-тен раствор на фенолфталеин во етанол;

- 10) јаглентетрахлорид;
11) 0,01%-тен раствор на дитизон.

Определување

Аликвотниот дел на приготвениот раствор за анализа (метод 33 на овој правилник) кој содржи до 80 µg цинк се зема во инка за одвојување и се дополнува со вода до 2 ml, потоа се додаваат 5 ml 10%-тен амониум цитрат (ако растворот се замати се додава уште амониум цитрат додека заматувањето не се изгуби) и три капки фенолфталеин концентриран амонијак се додека бојата не почне да се менува. По подавањето на 2 капки амонијак во вишокот околу 5 ml раствор на 0,01%-тен дитизон, растворот де минути се матка силно (најдобро во маткало) и екстрактот на дитизон се пренесува во друга инка за одвојување. Маткањето со дитизон се повторува на ист начин толк пати додека водата на стане зелена.

Се препорачува по секое издвојување на екстрактот на дитизон сидовите на инката за одвојување да се измија со 2 ml чист јаглентетрахлорид за да се соберат капкит што се наоѓаат на површината (не треба да се матка).

Соединетите екстракти на дитизон силно се маткаат 2 минути со 50 ml 0,02 ml (HCl)/1, при што цинкот преминува во водена фаза. Растворот на дитизон се фрла, а растворот на хлороводородната киселина уште еднаш кратк се матка со 5 до 10 ml чист јаглентетрахлорид. Во кисел раствор на хлороводородна киселина се додаваат 50 ml мешан раствор и 10 ml 0,01% раствор на дитизон. Смешата една мин силно се матка и екстрактот на дитизон се филтрира низ филтер-хартија (бела лента од 7 cm) во одмерлив сад со зафатнина од 50 ml. Тогаш горната површина на водениот раствор се измива со 2 ml чист јаглентетрахлорид и без маткање се испушта во одмерливиот сад. По миењето на филтер-хартијата се додава јаглен-тетрахлорид до ознаката. Растворот се изматкува и бојата се мери на 535 nm во однос на слепата проба во кивета со должина од 0,5 cm.

За приготвување на стандардна крива се зема 1 ml стандарден раствор кој одговара на 0,01 mg Zn. Се земаат 0, 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 ml, се дополнува со вода до 20 ml и понатаму се постапува како што е утврдено во постапката на определување.

38. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА БАКАР - СПЕКТРОФОТО-МЕТРИСКИ МЕТОД

Принцип

Како реагенс за определување се користи оловна сол на диетил-дитиокарбамат, на која не влијаат јоните на Fe (III), Mn (II), Ni (II) и So (II).

Пречки прават среброто, живата и талиумот, но које се застапени дваесетпати повеќе од бакарот. Веќе 3 µg бизмут пречат за определување на 10 µg бакар, па тогаш присутниот бизмут се отстранува со маткање на органскиот екстракт со раствор на 5 mol (HCl)/1 или со раствор на 2 mol (NaOH)/1. Бакар-диетил-дитиокарбамат комплекс може да се екстрахира со толуол, флороформ или јаглен-тетрахлорид.

Реагенси

За определување на бакар се користат следните реагенси:

1) стандарден раствор на бакар: се одмеруваат 0,3928 g SuSO₄ · 5H₂O се растворува во 1 mol (HCl)/2 и се дополнува со хлороводородна киселина до 1000 ml (1 mol = 0,1 mg Cu). Од тој раствор се земаат 20 ml и со вода се разблажува до 1 литар (1 ml = 2ng Su);

2) 0,01%-тен раствор на олово-диетилдитиокарбамат во толуол. Растворот се чува во темница или во темно шише;

3) 50%-тен раствор на диамониум-хидрогенцитрат (m/V);

4) раствор на натриум хидроксид c(NaOH) = mol/l;

5) бидестилиран амонијак;

6) толуол;

7) 1%-тен раствор на фенолфталеин во етанол (m/V)

Определување

Се одмеруваат 1 до 10 ml раствор приготвен за анализа (метод 33 на овој правилник) кој содржи до 40 µg бакар и се пренесува во инка за одвојување со зафатнина од 100 ml, се дополнува со 20 ml вода, се додаваат 5 ml 50%-тен диамониумцитрат и 1 до 2 капки фенолфталеин и амонијак, сè додека бојата не почне да се менува. Потоа се додаваат 20 ml олово-диетил-дитиокарбамат, се матка 5 мин, се остава фазите да се раздвојат и се испушта водениот слој. Чепот и сидовите на инката се измиваат со вода. Органската фаза се третира со 25 ml раствор на 2 mol (NaOH)/l и маткањето се повторува 5 мин. По одвојувањето на фазите, се испушта водениот слој, а екстрактот на толуол преку филтер-хартија (бела лента) се испушта во одмерлив сад со зафатнина од 25 ml и со толуол се дополни до ознаката. Потоа во кивета долга 2 cm се мери апсорбацијата на жолто обоениот комплекс на 435 nm во однос на слепата проба.

Стандардна крива се приготвува од разблажен стандарден раствор кој во 1 ml содржи 2 µg бакар. Во инка за одвојување се земаат 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; и 20 ml разблажен стандарден раствор и натаму се постапува како што е утврдено во постапката на определување.

39. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КАРОТИН (БРЗА ПОСТАПКА)**Принцип и примена**

Принципот се заснова врз екстракција на пигментите во петролетар и одвојување на пигментите со примена на колонска хроматографија и определување на интензитетот на бојата со спектрофотоматриско мерење.

Методот се применува за брзо определување на каротин во свежи и суви мостри на добиточна храна.

Реагенси

Потребни се следните реагенси, со чистотија рго analysis, а водата мора да биде дестилирана:

- 1) петролетар со точка на вриење меѓу 30° и 70°C;
- 2) петролетар со точка на вриење меѓу 80° и 120°C;
- 3) екстракциона смеса која се состои од една зафатнина на петролетар со точка на вриење меѓу 40° и 70° C и две зафатнини на петролетар со точка на вриење меѓу 80° и 120 °C;
- 4) ацетон;
- 5) натриумсулфат, безводен;
- 6) апсорбенс: комерцијално коскено брашно екстрахирано 8 h со ацетон и 8 h со петролетар, потоа сушено и просеено преку сито со отвори чиј пречник е 0,36 mm.

Апаратура и прибор

Освен во обичаената лабораториска опрема потребен е следниот прибор:

- 1) водена бања, со регулација на температурата на 90°C;
- 2) хроматографска цевка со внатрешен пречник од 12,5 mm и со должина од 30 cm, со капиларна цевка чиј долен дел е нурнат во грлото на одмерна тиквичка со зафатнина од 100 ml;
- 3) вакуумска направа за филтрација за фаќање на елуатот во одмерна тиквичка (види сл. 4 во прилогот);
- 4) аналитичка вага.

Приготвување на свежа растителна мостра од силажа

Се одмеруваат 100 g добро промешана мостра и се осечува со нож или со соодветна сечка.

Приготвување на мостра од сува растителна маса

Се мелат 20 g сува растителна маса, така што иситните честички да можат да минат низ сито со големина на отворот од 1 mm.

Определување**Екстракција на пигментите**

Екстракција на пигментите од свежа растителна маса и силажа

Се одмеруваат 2 g приготвена мостра со точност од

0,001 g, се става во аван, се додаваат 5 g песок и 5 g безводен натриум-сулфат и се меша додека не се добие сув хомоген прашок.

Сомелената маса се префрла преку цевка во мерниот сад со зафатнина од 100 ml. Аванот се измива со постепено доливање во шише, 20 ml екстракциона смеса. Повратниот кондензатор се наместува на шишето кое се нурка во водена бања загреана на 90°C и се остава 1 h.

Екстракција на пигменти од сува растителна маса

Во мерно шише со зафатнина од 100 ml се одмерува 1 g мостра, со точност од 0,01 g и се додаваат 40 ml екстракциона смеса. Повратниот кондензатор се наместува на шишето, кое се нурнува во водена бања загреана на 90°C и се остава 1 h.

Одвојување на пигменти

Хроматографската колона во хроматографска цевка се наполнува со апсорбенс. Пред полнењето на колоната, на долниот дел од цевката се става малку стаклена волна или памук. Висината на слојот на апсорбенсот мора да изнесува околу 10 cm. Спуштањето на апсорбенсот се регулира со помош на вакуумска шмукалка, горната површина на апсорбенсот се израмнува со тапо стапче и на неа се става слој на безводен натриум сулфат во висина од 1 cm и цврсто се притиснува. Хроматографската колона се навлажува со петролетар, чија точка на вриење е меѓу 40° и 70°C. За регулирање на протокот на екстрактот во колоната се користи вакуум и елуатот се фаќа во одмерна тиквичка со зафатнина од 100 ml. За елуирање на каротинот се употребуваат 50 ml петролетар со точка на вриење меѓу 40° и 70°C, неколку пати, така што површината на колоната никогаш да не биде без течност. Доволно е 50 ml каротинскиот обрч квантитативно да помине во елуатот. Таа хроматографска колона се употребува сè додека не се добие зона на другите пигменти до 2 cm над долниот дел на цевката. Елуатот до ознаката се дополнува со петролетар со точка на вриење меѓу 40° до 70°C и со спектрофотометар се определува содржината на каротинот.

Определување на апсорбенија

Апсорбенијата на раствор се определува со помош на спектрофотометар, на бранова должина од 450 nm и се приготвува стандардна права од стандардни раствори на каротин со висока чистота. За поголема точност треба да се направат такви концентрации на раствор чија апсорбенија ќе биде меѓу 0,25 и 0,75.

Пресметување

Содржината на каротинот се изразува во mg/kg и се пресметува според следната формула:

$$\frac{m \cdot V}{m_1 \cdot l}$$

каде што е:

- m - каротин отчитан од кривата, во µg;
V - зафатнина на елуатот, во милилитри;
m₁ - измерена мостра во елуатот, во µg;
l - дебелината на киветата, во сантиметри.

Ако не постои стандардна крива, каротинот се пресметува по следната формула:

$$\frac{E \cdot V \cdot 100}{260 \cdot l \cdot m_1}$$

каде што е:

- E - апсорбенија на елуатот;
V - зафатнина на елуатот, во милилитри;
m₁ - измерена мостра во елуатот, во µg;
l - дебелина на киветата, во сантиметри.

Повторливост

Разликата меѓу резултатите од две определувања на иста мостра што едноподруго ги изведува ист аналитичар не смее да биде поголема од 8% од средната вредност на добиениот резултат.

40. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА КАРОТИН И КСАНТОФИЛ ВО СВЕЖИ И СУВИ МОСТРИ ОД РАСТИТЕЛНО ПОТЕКЛО

Принцип и примена

Методот се применува за определување на каротин и ксантофил во мостри на свеж и сув растителен материјал, кој содржи повеќе од 30 mg каротин по 1 kg добиточна храна.

Принципот се заснова врз екстракција на сува растителна маса со помош на хексан и ацетон, а на свежа храна - врз екстракција со ацетон. По екстракцијата се врши насапунување со помош на алкохолан раствор од калиумхидроксид, екстрактот на пигментот се впарува, остатокот се растворува во петролетар и каротинот се одвојува хроматографски со елуирање со петролетар ксантофилот - со елуирање со етанол. Количината на издвоените пигменти се определува со спектрофотометриско мерење.

Реагенси

Се користат следните реагенси со чистота pro analysis и дестилирана вода:

- 1) п-хексан, чист;
- 2) ацетон, чист;
- 3) п-хексан-ацетонска смеса (7:3), 70 делови на чист п-хексан и 30 делови на чист ацетон;
- 4) петролетар (точка на врнење 30° до 50°C);
- 5) 40%-тен етанолан раствор на КОН; пред употребата се растворуваат 4 g калиумхидроксид во неколку капки вода и до 10 ml се дополнува со етанол;
- 6) натриумсулфат, безводен;
- 7) натриумсулфат, заситен воден раствор;
- 8) алуминиумоксид за хроматографија, стандардизирајќи по Брокман (Brockman), се жарат 8 h на температура од 750°C, се оладува во ексикатор и се чува во шише од темно стакло со брусен затворач.

Пред употребата за хроматографија се додаваат 91 g алуминиумоксид и 9 ml дестилирана вода, силно се праматкува и 9 h се чува во темно шише со брусен затворач;

- 9) етанол, 96%-ен;
- 10) азот, гас.

Апаратура и прибор

Освен вообичаената лабораториска опрема, се користат и следниот прибор:

- 1) колони за хроматографија, со должина од 15 до 30 cm, со пречник од 10 до 15 mm;
- 2) вакуум-впарувач;
- 3) спектрофотометар.

Приготвување на мостра од свеж растителен материјал

Се одмеруваат 10 g исечен растителен материјал, со точност од 0,001 g, се става во хомогенизатор, се додаваат 50 ml ацетон и се меша така што пигментите да се екстрахираат. Тоа се повторува најмалку трипати. Соединетите екстракти се филтрираат преку стаклено филтер-лонче во мерна тиквичка со зафатнина од 200 ml и тиквичката се дополнува со ацетон до ознаката.

Приготвување на мостра од сув растителен материјал

Во одмерен сад со соодветна зафатнина или во соодветно шише со брусен затворач се одмеруваат од 2 до 10 g, со точност од 0,001 g, фино иситнета остра просеена низ сито со големина на отворот од 0,5 mm, се додаваат од 30 до 50 ml смеса на хексан и ацетон, се воведува азот или друг инертен гас, се праматкува и се остава на темно место да преноќева.

Определување

Насапунување на екстракт од свеж растителен материјал

Во инка за одвојување се отпипетираат од 20 до 50 ml екстракт, зависно од очекуваната количина на пигменти, се додаваат 0,5 ml 40%-тен раствор на етанол-хидроксид и силно праматкува, се остава да мирува половина час. Потоа се додаваат од 30 до 50 ml петролетар и силно се праматкува така што пигментите квантитативно да преминат

во петролетарна фаза. Долниот слој се испушта, остатоците од растворот на етанолан калиумхидроксид и ацетон се отстрануваат со измивање со екстракт на петролетар два пати со по 100 ml вода. На крајот остатоците од водата се отстрануваат со маткање на екстрактот со по 10 ml заситен воден раствор на натриумсулфат.

Пречистениот екстракт на петролетар со благо загревање во вакуум се впарува до суво и остатокот веднаш се растворува со 5 ml хексан.

Ако мострата не содржи масти и хлорофил, сапонификацијата може да се изостави.

Насапунување на екстракт од сув растителен материјал

Еден час пред хроматографското одвојување на пигментите, во екстрактот се додаваат 2 ml 40%-тен етанолан раствор на калиумхидроксид, силно се матка и се остава половина час на темно место, потоа се додаваат 2 ml дестилирана вода, уште еднаш се матка и се остава да се слегнат цврстите честички. Потоа зафатнината се регулира со додавање на чист п-хексан до ознаката. Аликвотниот дел, обично 50 ml, се отпипетира во шише за вакуумско впарување. Впарувањето се врши до суво, со благо загревање до температура од 40°C и остатокот веднаш се растворува со 5 ml п-хексан.

Хроматографско определување

Хроматографската цевка се наполнува со активан алуминиумоксид. Пред полнењето на колоната, на долниот дел се става малку стаклена волна или памук. Височината на слојот на апсорбеност мора да изнесува 10 cm. На горниот слој на апсорбеност се додава слој од безводен натриумсулфат во висина од 2 cm, добро се овлажува со петролетар и почнува хроматографијата. Протекот се регулира со вакуум или со натпритисок, така што протекот да биде 1 до 2 капки во секунда. Каротинот се елуира со помош на петролетар и елуатот се фаќа во мерно шише со зафатнина од 50 или 100 ml. Елуирањето е завршено кога ќе се забележи дека капките повеќе не содржат обоена материја. Елуатот во одмерното шише се дополнува со петролетар.

Ксантофилот се елуира од колоната со помош на 96%-тен етанол, се фаќа во мерно шише со зафатнина од 100 или 200 ml сè додека не се добијат безбојни капки. Зафатнината се регулира со додавање на етанол до ознаката.

Апсорбенијата на добиените елуати се мери на бранова должина од 450 nm, со задолжителна примена на стандардна права, и тоа: каротин спрема петролетар, а ксантофил спрема етанол.

Пресметување

Количината на каротинот и ксантофилот се изразува во mg/kg и се пресметува според следната формула:

$$\frac{\text{Отчитување } V}{m \cdot l}$$

каде што е:

отчитување - на каротинот односно ксантофилот од стандардната крива, во μg ;

V - зафатнина на елуатот, во милилитри;

m - маса на мострата во елуатот (V) во милилитри;

l - дебелината на оптичкиот слој на киветата, во сантиметри.

Повторливост

Разликата меѓу резултатите на две наспоредни определувања што истовремено или непосредно последовно со исти реагенси ги извел ист аналитичар не смее да биде поголема од 9% од средната вредност на добиените резултати.

41. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ВИТАМИНОТ А

Принцип

Погодна количина мостра се насапунува со алкохолан раствор на КОН. Ненасапуниот дел, кој содржи витамин А, се екстрахира со петролетар, добиенот екстракт се чисти преку колоната со различни апсорбенси, а во пре-

чистениот екстракт се определува витаминот А со Carr-Price-ов реагенс.

Реагенси

За определување на витаминот А се користат следните реагенси:

- 1) етанол 99% р.а.;
- 2) калиумхидроксид, КОН, р.а.;
- 3) петролетар, со точка на вриење од 40 до 70 °С р.а.;
- 4) ацетон, р.а.;
- 5) натриумсулфат, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ безводен р.а.;
- 6) магнезиум оксид, MgO р.а.;
- 7) киселгур G за тенкослојна хроматографија;
- 8) алуминиумоксид Al_2O_3 - стандард за хромато-

графска апсорпциска анализа по Брокман, ст. активности II-III;

- 9) хлорофолн р.а.;
- 10) антимонотрихлорид, SvCl_3 кристален;
- 11) анхидрид на оцетна киселина р.а.;
- 12) витамин А стандард: како стандард обично се употребува кристализиран витамин А ацетат и витамин А палмитат, растворен во масло со позната јачина. Стандард витамин А палмитат се растворува во пречистен хлороформ и се разредува на концентрација од 30 I.J./1 ml. - работен раствор на стандард.

Стандард витамин А ацетат се подложува на сапонификација и екстракција (мерење) така што концентрацијата која се мери во хлороформен раствор да биде 30 I.J./1 ml работен раствор на стандардот. Раствор на стандардот се приготвува непосредно пред употребата.

Апаратура и прибор

За определување на витаминот А се користат следните апаратура и прибор:

- 1) апаратурата за дестилација во вакуум NB 29 со тиквички за отпарување со зафатнина од 100, 250 и 500 ml;
- 2) тиквички за јоден број со зафатнина од 100, 250 и 500 ml;
- 3) уред за хроматографија: хроматографска колона, со должина од 20 cm, со пречник од 2,50 cm (NB 14) тиквички со тркалезно дно од 100 ml NB 14, продолжение за хроматографија на колоната NB 14;
- 4) вакуум шмукалка;
- 5) колориметар или спектрофотометар.

Приготвување на Carr-Price-ов реагенс

Маса од 120 g SbCl_3 се промешува во тиквичка за јоден број со приближно 200 ml хлороформ, претходно изматкан со вода и предестилизиран со користење на Вигреуховата колона. По стоење во темно, содржината на тиквичката се загрева до вриење, додека не се истопи сиот SbCl_3 и по ладењето се пренесува во сува одмерна тиквичка со зафатнина од 500 ml и се допонува до ознаката. Реагенсот е употреблив по два до три дена.

Приготвување на колоната со магнезиум оксид + киселгур

Магнезиум оксид и киселгур се сушат при температура од 105°C, се ладат во оксикатор и се измешуваат во однос 1 + 1 (m/m). Маса од 5 g на таа мешаница се става на колоната, на чие дно се наоѓа парче вата. Колоната се поли со помош на вакуум. На така приготвената колона мострата се нанесува директно, без претходно измивање со растворувач.

Приготвување на колоната со алуминиум триоксид

Алуминиум оксид се жари 3 h при температура од 550°C и потоа се употребува како адсорбент. Маса од 10 g на така приготвен Al_2O_3 се измешува со 0,15 ml вода, и се става на колоната, на чие дно се наоѓа парче вата. Слојот на безводен натриум сулфат со дебелина се става на врвот на колоната. Пред нанесувањето на мострата колоната се измива со петролетар.

Определување

Хомогенизирана мостра во количина од 10 до 0,2 cm 25 g измерена на аналитичка вага (количината зависи од

видот на добиточната храна, односно од концентрацијата на витаминот А во храната) се сапонифицира со додавање на 150 ml етанол и 37,50 ml 50 %-тен раствор на КОН во етанол. Сапонификацијата се врши со повратно ладење од 30 min. Во инка за одделување се префрлат 75 ml течнен слој, се додаваат 60 ml вода и екстракција на витаминот А се врши со 5. 50 ml петролетар. Собраните петролетарни екстракти се изливаат со 3 · 50 ml вода и се сушат со натриум сулфат, а потоа се отпаруваат до волумен од приближно 20 ml. Остатокот се префрла во сува одмерна тиквичка со зафатнина од 100 ml и содржината се допонува со петролетар до ознаката. Количината од 50 ml петролетарски екстракт, која содржи витамин А и каротин, се префрла на колоната со MgO + киселгур, а елуирањето се врши сосмеса на раствор од ацетон и петролетар во однос 2 + 98 (V/V) (елиурање на каротинот). Витаминот А се елуира со смеса на раствор од етанол и петролетар во однос 8 + 92 (V/V) додека сиот витамин не се елуира. Собраните елуати се измиваат до сув остаток во вакуум на водена бања при температура од 60°C, а сувиот остаток се растворува во 2 ml хлороформ.

Мерење

Концентрацијата на витаминот А се мери на колориметар, со црвен филтер, или на спектрофотометар, на бранова должина од 620 nm. Наспоредно се мери апсорбанцијата на мострата и стандардниот раствор, со слепа проба.

Слепа проба: 1 ml хлороформ, 6 капки анхидрид на оцетна киселина и 4 ml Carr-Price-ов реагенс

Стандард на витаминот А: 0,20 ml хлороформен раствор на стандард (6 I.J.) витамин А, 0,80 ml хлороформ, 6 капки анхидрид на оцетна киселина и 4 ml Carr-Price-овиот реагенс

Мостра: 0,2 ml хлороформен раствор на мостра, 0,80 ml хлороформ раствор 6 капки анхидрид на оцетна киселина и 4 ml Carr-Price-об реагенс

Поради нестабилност на сината боја, епотребно веднаш по додавањето на Carr-Price-овиот реагенс (најмногу 10 секунди) да се отчита апсорбанцијата на сината боја.

Пресметување

Концентрацијата на мострата се изразува во mg/kg и се пресметува според следната формула:

$$K_u = \frac{E_u \cdot K_s \cdot F \cdot 1000}{E_x \cdot m}$$

каде што е:

- E_u = екстинкција на мострата
- K_s = концентрација на стандардот (во I. J)
- E_x = екстинкција на стандардот;
- F = фактор на разредување;
- m = мерата на мострата во грамови

42. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ВИТАМИНОТ E

A) Мостра која содржи повеќе од 50 mg/kg витамин E

Принцип

Мострата која се испитува се сапонифицира со раствор на КОН во етанол, со додавање на хидрокинон. По ладење на реакциската смеса, се екстрахира алфа токоферол со диетил-етар, екстракт на етар се измива со база, а потоа со вода и се допонува до определена зафатнина. Аликвотниот дел на екстрактен етар испарува во вакуум до сув остаток, кој се испитува во бензен и се префрла на претходно приговетната колона на хроматографот Елуатот се измива во вакуум, а сувиот остаток се испитува во етанол чија зафатнина е точно определена. Аликвотниот дел на алкохолниот раствор се оксидира со раствор на ферихлорид, се додава раствор на дипирин и развиената боја по 2 min се отчитува на фотометарот минути на 520 nm, со слепа проба. На ист начин и под исти услови на работа истовремено се измерува апсорбанцијата на стандардот на позната концентрација. Од податоците добиени со мерење и факторот на разредување се пресметува концентрацијата на витаминот E во мострата.

Реагенси

За определување на витаминот Е се користат следните реагенси:

- 1) етанол 99%-ен р.а.;
- 2) хидрокинон р.а.;
- 3) диетилетар р.а.;
- 4) калиум-хидроксид, КОН;
- 5) натриум сулфат $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, безводен, р.а.;
- 6) бензен, р.а.;
- 7) ферихлорид FeCl_3 : 50 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ се растворува во 25 ml етанол (растворот се подготвува свеж секојдневно);
- 8) α, α' - дипиридин: 50 mg се истопуваат во 10 ml етанол (растворот се приготвува свеж секојдневно);
- 9) активна земја: 2 g Bleicherde се варат две минути со раствор, кој се приготвува со растворување на 0,40 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ во 10 ml концентриран HCl ;
- 10) хлороводородна киселина, концентрирана;
- 11) киеселгел G: 2 g киеселгел G, сушен 30 min при температура од 110°C и се измешува со малку сув бензен;
- 12) d, l α - токоферол стандард: $\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2$ се чува на темно место, на собна температура, со задолжително воведување на инертен гас по секоја употреба.

Апаратура и прибор

За определување на витаминот Е се користат следната апаратура и прибор:

- 1) апаратура за дестилација во вакуум (NB) со тиквички за испарување со зафатнина од 100, 250 и 500 ml;
- 2) тиквички за јоден број со зафатнина од 300 ml;
- 3) инки за одделување со зафатнина од 500 ml;
- 4) одмерни тиквички, чаши, обични инки;
- 5) уред за хроматографија: хроматографската колона со должина од 20 cm, со пречник од 2,50 cm (NB 14), тиквички со тркалезно дно со зафатнина од 100 ml (NB 14); продолжение за хроматографијата на колоната NB 14
- 6) колориметар или спектофотометар;
- 7) вакуум шмукалка.

Приготвување на колоната

Два грама активна земја се става во хроматографската колона, течноста се испушта, а адсорбенсот се измива трипати со по 3 ml етанол. Измивањето продолжува со бензен (5 x 5 ml). На столбот потоа се ставаат 2 g киеселгел, изматкан во бензен. Одвишокот на бензен се испушта од колоната, така што нивото на течноста да биде 2 до 3 ml над границата на стаениот адсорбенс.

Приготвување на стандардот на витамин Е

Во чиста и сува одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml се одмерува определена количина стандард на витамин Е и со додатни разредување со етанол се приспособува концентрацијата на вредност од приближно 20 $\mu\text{g}/2$ ml. Стандардот на витаминот Е се приготвува за секое определување на витаминот Е.

Постапка

На аналитичка вага се одмерува 1 g хомогенизирана мостра во тиквичка за сапонификација со зафатнина од 250 ml, се додаваат 30 ml етанол и 3 ml раствор на КОН 1 + 2 (V/V) и околу 50 mg хидрокинон. Сапонификацијата се врши на водена бања, со повратно ладење од 30 min. Оваа постапка, како и сите подоцнежни постапки, се изведува на место заштитено од светлина. По сапонификацијата содржината на тиквичката квантитативно се префрла во инка за одвојување а вкупно 50 ml дестилирана вода. Тиквичката неколкупати се измива со 50 ml етар, кој исто така се додава во инка за одделување. Содржината во инката се екстрахира со 5 · 50 ml етар. Собраниот екстракт на етар се измива со вода, а растворот КОН во 3%-тен етанол и повторно со вода, се додека екстрактот престане да покажува базна реакција. Остатокот на екстрактот на етар се исушува со безводен натриум сулфат и се префрла во тиквичка за отпарување со додаток на етар, со кој се измива инката за одвојување. Екстрактот на етарот испарува во вакуум до сув остаток на водена бања при температура од 60°C. Во сувиот остаток се додаваат 5 ml бензен. Растворот на бензенот се префрла квантитативно на колоната и

витаминот Е елуира со вкупно 7 · 5 ml бензен. Собраните елуати испаруваат во вакуум до сув остаток при температура од 60 °C, а сувиот остаток се раствора во 10 ml апсолутен алкохол. Мерењето се врши по 2 min, како на мострата така и на стандардот на витаминот Е, и тоа на фотоелектричен колориметар со зелен филтер, односно на спектрофотометар на 520 nm.

Мерење

Слепа проба: 3 ml алкохол + 1 ml ферихлорид + 1 ml α, α' - дипиридин.

Стандардот на витаминот Е: ml алкохолен раствор, кој содржи околу 20 g витамин Е + 1 ml етанол + 1 ml ферихлорид + 1 ml α, α' - дипиридин

Мостра: аликвотен дел од 2 ml алкохолен раствор на витамин Е + 1 ml етанол + 1 ml α, α' дипиридин + 1 ml ферихлорид

Пресметување

Концентрацијата на мострата се изразува во mg/kg витамин Е на ацетат и се пресметува според следната формула:

$$K_u = \frac{E_u \cdot K_s \cdot F \cdot 1000}{E_s \cdot m \cdot 0,911}$$

каде што е:

- E_u - апсорбација на мострата
- K_s - концентрација на стандардот, во милиграми;
- E_s - апсорбација на стандардот;
- F - фактор на разредување;
- m - одмерна мостра во грамови;
- 0,911 - фактор за пресметување, D, L алфа токоферол во витамин Е ацетат.

Б) Мостра која содржи помалку од 50 mg/kg витамин Е**Принцип**

Мострата за испитување се сапонифицира со раствор на КОН во апсолутен алкохол (етанол) со додавање на хидрокинон. По ладењето реакциите смеси се екстрахираат (алфатокоферол со диетил-етар), екстрактот на етарот се измива со база, а потоа со вода и се дополнува до определаната зафатнина. Аликвотниот дел на екстрактот на етарот испарува во вакуум до сув остаток кој се раствора во апсолутен алкохол (етанол). Аликвотниот дел на мострата се нанесува на плоча за тенкослојна хроматографија (TLC) и плочата се става на развивање. Со мострата, на плочата се нанесува и стандардот на токоферол. По развивањето, плочата се прска со реагенс, (ферихлорид + α - адипиридил). Дамките од растворот на мострата и стандардот мораат меѓусебно да се поклопуваат по изглед и по RF вредности.

Реагенси

За определување на витаминот Е се користат следните реагенси:

- 1) етанол 99% р. а.
- 2) диетил-етар р. а.;
- 3) калиум хидроксид, КОН;
- 4) натриум сулфат, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, безводен;
- 5) хидрокинон, р. а.;
- 6) бензен р. а.;
- 7) ферихлорид, FeCl_3 : 50 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ се раствора во 25 ml етанол (растворот се приготвува непосредно пред употребата);
- 8) α, α' - дипиридин : 50 mg се истопуваат во 10 ml етанол (растворот се приготвува непосредно пред употребата);
- 9) силикагел G за хроматографија;
- 10) метанол г. а.;
- 11) d, l. - α - токоферол стандард $\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2$ се чува на собна температура, на темно место, со задолжително воведување на инертен гас по секоја употреба.

Апаратура и прибор

За определување на витаминот Е се користат следната апаратура и прибор:

- 1) апаратура за дестилација во вакуум (NB), со тиквички за испарување со зафатнина од 250 ml;
- 2) тиквички за јоден број;
- 3) инки за одделување, со зафатнина од 500 ml;
- 4) одмерни тиквички, чаши, обични инки;
- 5) уред за TLC;
- 6) стаклени плочи со димензии 20 · 20 cm;
- 7) стаклени цилиндри за развивање на плочи за TLC, со димензии 60 · 60 · 40 cm;
- 8) UV уред – флуоресцентен испитувач со краткобрново и долгобраново светло (254 и 365 nm);
- 9) пластичен мост за поделбата на хроматографската подлога на полиња и за нанесување екстракт од мострата и раствор од стандардот;
- 10) микропипети со зафатнина од 10 ml.

Приготвување на плочи за TLC

Маса од 6 g силикагел G се мери во конусна тиквичка со стаклен чеп со зафатнина од 100 ml и се додаваат 20 ml мешаница на раствор од 96%-тен етанол и вода, во однос 135 + 15 (V/V). Плочата се исчистува со вата натопена со етанол и содржината на тиквичката се излева на така исчистената плоча. Течниот апсорбенс се нивелира така што слојот да биде едноличен. Плочата се исушува на воздух, а потоа се активира при температура од 105°C во траење од 1 до 2 h.

Приготвување на стандард на витамин E

Во чиста и сува одмерна тиквичка со зафатнина од 25 ml се одмерува определена количина стандард на витамин E (алфа-токоферол) и со додатни разредувања со апсолутен алкохол концентрацијата се дотерува на вредноста 500 µg/ml. Стандардот се приготвува при секое определување на витаминот E.

Постапка

На аналитичка вага се одмеруваат 10 g мостра и се пренесуваат во тиквичката за сапонификација, со зафатнина од 250 ml, се додаваат 30 ml 99%-тен етанол и околу 50 mg хидрокинон. Сапонификацијата се врши на водена бања, со повратно ладење од 30 min. Оваа постапка како и сите подоцнежни постапки се изведуваат на место заштитено од светлост. По сапонификацијата содржината на тиквичката квантитативно се префрла во инка за одделување, со вкупно 50 ml дестилирана вода. Тиквичката се измива неколку пати со вкупно 50 ml етар, кој исто така се додава во инката за одделување. Содржината во инката се екстрахира со 5 · 50 ml етар. Собраните екстракти на етар се измиваат со вода, со раствор на КОН во 3%-тен етанол и повторно со вода, додека екстрактот престане да покажува базна реакција. Екстрактот на етар се исушува со безводен натриум сулфат и се префрла во тиквичка за испарување со додавање на етар, со кој се измива инката за одделување. Екстрактот на етарот се испарува во вакуум до сув остаток на водена бања при температура од 60°C. Во сувиот остаток се додаваат толку милилитри 99%-тен етанол што во 30 ml да има 15 µg витамин E (зависно од количината на витаминот E во мострата). На приготвената плоча за TLC се нанесуваат, во форма на црта (со должина од 1,50 cm) 30 µl екстракт на мостра, 30 µl стандард и 30 ml S/2 (половина концентрација на стандардот која се добива со разредување на стандардот со 99% етанол во однос 1 + 1). Така приготвената плоча се става во цилиндер за развивање, во кој се наоѓаат околу 200 ml развивач (бензол и метанол во однос 1 : 99). Хроматограмот се развива додека фронтот на растворот достигне висина од приближно 15 cm. По развивањето плочата се суши на воздух и се рсма со реагенс: најпрво со раствор на FeCl₃, а потоа со α'-дипиридил. Дамките од растворот на мострата и стандардот мораат меѓусебно да се поклопуваат по изглед и по R_f-вредности. Концентрацијата на витаминот E се отчитува со споредување на интензитетот на бојењето на екстрактот од мострата со интензитетот на обојувањето на стандардниот раствор. Ако интензитетите на обојувањето на мострата и стандардот се различни, се повторува TLC со додатни разредувања или на стандардниот раствор или на растворот на мострата. Кога интензитетот на бојосувањето на стандардот и мострата стане идентичен, се пресметува приближната концентрација на

мострата, со познатата концентрација на стандардот и факторот на разредување.

43. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА МИКОТОКСИНИ

Принцип

Микотоксините се определуваат со тенкослојна хроматографија. Охратоксинот како релативно јака киселина се екстрахира од раствор заситен со натриум хидрокарбонат; слабо кисел зеараленонот се екстрахира со јака база така што неутралниот алфатоксин останува во растворот.

Реагенси

За определување на микотоксини се користат следните реагенси:

- 1) ацетонитрил – вода (90 + 10);
- 2) хексан;
- 3) хлороформ, CHCl₃;
- 4) заситен раствор на NaHCO₃ (pH = 7,8);
- 5) раствор на натриумхидроксид c = 1 mol (NaOH)/l;
- 6) раствор на фосфорна киселина, c = 5 mol (1/3 H₃PO₄)/l;
- 7) раствор на хлороводородна киселина, c = 1 mol (CH₃Cl)/l;
- 8) раствор на бензол = ацетонитрил (98 + 2);
- 9) безводен натриумсулфат Na₂SO₄;
- 10) Силикагел Н, тип 60 за тенкослојна хроматографија;
- 11) раствор на толуол, етилацетат и мравја киселина (50 + 40 + 10);
- 12) раствор на сулфурна киселина и метанол (20 + 80);
- 13) стандардни раствори:
 - афлатоксин В₁ – 0,5 µg/ml;
 - охратоксин А – 5 µg/ml;
 - зеараленон – 50 µg/ml;
 - бензол-ацетонитрил (98 + 2).

Апарати

Се корисат апаратура за тенкослојна хроматографија

Постапка

Екстракција и сепарација

Во сад со зафатнина од 250 ml се одмеруваат 25 g фино сомелена мостра се додаваат 100 ml меша на ацетонитрил и вода (90 + 10) и 10 min се маткаат во јако маткало. Екстрактот се филтрира преку филтер – хартија. За натамошна анализа се користат 25 ml филтрат кој се обезмастува во инка за одвојување, двапати со по 25 ml хексан. Се остава слоевите да се одвојат и хексанската фаза да се отстрани, а ацетанитрилската фаза се екстрахира со нови 25 ml хексан и повторно се отстранува хексанската фаза. Потоа се додаваат 25 ml вода и 8 ml заситен раствор на NaHCO₃ и се екстрахираат 25 ml хлороформ. Долниот слој се испушта во друга инка за одвојување и повторно се екстрахираат со 25 ml хлороформ. Целокупната хлороформска фаза претставува екстракт 1.

Во инка за одвојување која содржи водена фаза се додаваат 15 ml 1 mol (HCl)/l и се екстрахираат со 20 ml хлороформ. Екстракцијата на киселата фаза се повторува со уште 20 ml хлороформ. Потоа спојниот екстракт на хлороформ се филтрира преку безводен Na₂SO₄ и се концентрира на 10 ml. Концентрираниот екстракт се префрла во мал стаклен сад (со зафатнина околу 3 ml покрај хлороформот и се впарува до сув остаток кој се испушта (екстракт 2) во 0,2 ml меша на бензол-ацетонитрил (98 + 2) и се остава за TLC.

Во екстрактот 1 се додаваат 10 ml 1 mol (NaOH)/l. По екстракцијата се испушта долниот слој во друга инка за одвојување и екстракцијата се повторува со иста количина 1 mol (NaOH)/l. Помешаните екстракти на натриумхидроксид се екстракти 1a.

Екстрактот на хлороформ се измива со 25 ml вода и долната фаза се филтрира низ безводен Na₂SO₄. Се одвојува водената фаза, хлороформскиот екстракт се префрла во

мал стаклен сад и се истопува во 0,2 ml раствор на бензол-ацетонитрил (98 + 2) (екстракт 1b).

Екстрактот 1a се закиселува со 8 ml 5 mol ($\frac{1}{3}$ H₃PO₄)/1 и се екстрахира двапати со 20 ml хлороформ. Собраните екстракти на хлороформ се филтрираат низ безводен Na₂SO₄, се впаруваат и истопуваат во 0,2 ml смеса на бензол-ацетонитрил (98 + 2) и се оставаат за TLC.

Тенкослојна хроматографија

Екстрактите 1a, 1b и 2, во количина од 5 до 10 ml се нанесуваат на плочи димензији 20 · 20 cm превлечени со слој силикогел X во слој дебел 0,25 mm. На истите плочи се нанесуваат и раствори на стандарди на микотоксини, а потоа плочите се развиваат во смеса на растворач толуол-етилацетат и мравја киселина (50 + 40 + 10). По сушењето микотоксинот се определува со споредување на интензитетот на флуоресценцијата на дамкиџе ма мострата и стандардот.

Во екстрактот 1a се наоѓа зеараленон, во екстрактот 1b алфатоксин, а во екстрактот 2% охратоксин.

Забелешка: По потреба можат да се спроведат и тестови по прскање со 20%-тна сулфурна киселина во метанол и со загревање 15 min на температура од 120°C, или со димензионална хроматографија.

44. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА АКТИВНОСТА НА АНТИБИОТИЦИТЕ СО МИКРОБИОЛОШКИ МЕТОДИ НА ПЕТРИЕВИ ШОЛЈИ (МЕТОД НА ДИФУЗИЈА)

Принцип

Активностите на антибиотиците се определуваат со метод на дифузија на агарна подлога, инокулирана со соодветен микроорганизам. Се работи на Петриеви шолји, со тоа што растворите на мострата и стандардот се ставаат во допир со инокулирана подлога со посредство на метални цилиндри. Референтната концентрација на стандардната редица се споредува со растворот на мострата, а тој раствор мора да содржи приближно иста концентрација на антибиотици како и стандардот. Стандардната редица се состои од 4 концентрации што се приготвуваат со сериски разрежувања на таканаречениот работен раствор на стандардот, со тоа што една концентрација во стандардната редица да е референтна концентрација.

Сите четири раствори на стандардната редица се ставаат во цилиндри на секоја од вкупно 10 Петриеви шолји. Растворот на мострата се става во цилиндри на 5 плочи, со референтна концентрација на стандардот, и тоа: во два цилиндра се става раствор на мострата а во другите два – раствор на стандардот. По корекцијата на средните вредности на пречникот на зоните на инхибициите добиени со одделни раствори на стандардната редица, се нацртува баждарен дијаграм и се отчитува коригираната средна вредност на пречникот на зоните на инхибициите за референтна концентрација на стандардната редица. Таа вредност служи за корекција на средната вредност на пречникот на зоните на инхибициите добиени со раствор на мострата. Концентрацијата на антибиотиците во мострата се отчитува од баждарниот дијаграм.

Состав на хранливите подлоги за определување на антибиотици:

1) окситетрациклин (СНТС) и хлортетрациклин (СНТС) pH вредност по стерилизацијата = 5,6 – 5,7

пептон	6,0 g
екстракт на квасец	3,0 g
говедски екстракт	1,5 g
агар	15,0 g
дестилирана вода до	1000 ml
2) пептон	6,0 g
хидролизиран казеин	4,0 g
екстракт на квасец	3,0 g
говедски екстракт	1,5 g
декстроза	1,0 g
агар	15,0 g
дестилирана вода до	1000 ml

По стерилизацијата, pH за олеандомицин, тилозин и неомицин изнесува 7,8 – 8,0, за бензатин пеницилин G 6,5 –

6,6, а за виргиниамицин 7,4. За бацитрацин изнесува исто така 6,5 – 6,6.

Состав на хранливите подлоги за одгледување на тест микроорганизам (ПОДЛОГА А).

пептон	6,0 g
хидролизат на казеин	4,0 g
екстракт на квасец	3,0 g
говедски екстракт	1,5 g
декстроза	1,0 g
агар	15,0 g
дестилирана вода до	1000 ml
по стерилизацијата, pH вредност изнесува	6,5 – 6,6.

Пуфери

Се користат следните пуфери:

- 1) фосфатен пуфер pH = 4,5: се одмеруваат 13,60 g KН₂PO₄ во 1000 ml дестилирана вода;
- 2) фосфатен пуфер pH = 6: се одмеруваат 2,00 g K₂HPO₄ и 8,00 g KН₂PO₄ во 1000 ml дестилирана вода;
- 3) фосфатен пуфер pH = 8: се одмеруваат 16, 73 g K₂HPO₄ и 0,523 g KН₂PO₄ во 1000 ml дестилирана вода;
- 4) фосфатно-бикарбонатен пуфер: pH = 8: се одмеруваат 16,73 g K₂HPO₄, 0,523 g KН₂PO₄ и 20,00 g NaHCO₃ во 1000 ml дестилирана вода.

ТЕСТ – МИКРООРГАНИЗМИ ЗА ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА АНТИБИОТИЦИ

1) *BACILLUS CEREBUS* var. *mycaides* ATCC 9634 NCTC 10320

Bacillus cereus var. *mycoides* се пресадува еднаш месечно на кос агар (подлога А).

Приготвување на концентриран инокулум: 24-часовна култура одгледувана на кос агар (подлога А) при температура од 37°C се измива со 5 ml стерилна дестилирана вода, суспензијата се пренесува на Роуикско шише во кое се наоѓаат 300 ml од подлогата А и подеднакво се распоредува по површината со помош на стаклени куглички. Инкубацијата трае седум дена на температура од 37°C. Инкубациите се суспендираат во 30 ml стерилна дестилирана вода, суспензијата се пренесува во стерилно шише, се држи 30 мин на температура од 65°C и се центрифугира. Измивањето на спорите се врши трипати со по 10 ml стерилна дестилирана вода и секојпат стерилно се центрифугира. Спорите потоа се ресуспендираат во 30 ml стерилна дестилирана вода, уште еднаш се грејат 30 мин на температура од 65°C, суспензијата се изладува, стерилно се хомогенизира и се центрифугира 5 min на 1500 o/m. Наталожиениот дел на спорите се фрла, а остатокот суспензија се употребува како инокулум (ако се чува на температура од + 4°C трае една година). Во претходните проби се утврдува зафатнина на неразработениот или разработениот инокулум кој треба да му се додаде на определеното количество хранлива подлога за да може со најмала концентрација на антибиотици во стандардната редица да се добијат доволно големи и остри зони на инхибиција.

2) *SARCINA LUTEA* ATCC 9341

Sarcina lutea ATCC 9341 се пресадува еднаш месечно на кос агар (подлога А): 24 – часови културата одгледувана на кос агар се измива со физиолошки раствор (околу 3 ml). Во претходните проби се утврдува зафатнината на суспензијата на инокулумот кој треба да му се додаде на определеното количество хранлива подлога за да можат со најмала концентрација антибиотици во стандардната редица да се одбијат доволно големи и остри зони на инхибиција. *Sarcina lutea* се приготвува непосредно пред употреба. Тој микроорганизам треба да се пресади на кос агар, да се измие со физиолошки раствор, потоа да се употреби.

3) *MICROCOCOCCUS PYOGENES* VAR. *AUREUS* ATCC 6538 – P (*Staphylococcus aureus*)

Micrococcus pyogenes var. *aureus* се пресадува двапати месечно на кос агар (подлога А).

Приготвување на концентриран инокулум: 24 – часовна културата одгледувана на кос агар (подлога А) на температура од 32°C се измива со 3 ml физиолошки раствор, суспензијата се пренесува во Роуикско шише, кое содржи 300 ml од подлогата А и 24 h се инкубира на 32°C, а потоа уште 24 на собна температура. Нараснатата култура се измива со 50 ml физиолошки раствор. Се употребува шест месеци на температура од + 4°C.

4) *MICROCOCOCCUS FLAVUS* ATCC 10240 - A NCTC 7743

Micrococcus flavus ATCC 10240 - A NCTC се пресадува двапати месечно на кос агар (подлога А): 24 - часовна култура одгледувана на кос агар се измива со физиолошки раствор (околу 3 ml). Во претходните проби се утврдува зафатнината на суспензијата на инокулум што треба да му се додаде на определено количество хранлива подлога за да може со најмала концентрација антибиотици во стандардната редица да добијат доволно големи и остри зони на инхибиција. *Micrococcus flavus* се приготвува непосредно пред употребата, т.е. тој микроорганизам пред употребата треба да се пресади на кос агар, да се измие со физиолошки раствор и потоа да се употреби.

Апаратура и прибор

Освен вообичаената лабораториска опрема, потребни се и:

- 1) Петриеви шолји (плочи) со пречник од 100 mm (со иста големина и сосема рамно дно);
- 2) метални цилиндри изработени од нерѓосувачки челик со надворешен пречник од 8 mm, а со внатрешен пречник од 6 mm, и со висина од 10 mm;
- 3) нивелирана плоча со вијци за регулација на наклонот. Хоризонталноста се проверува со водена вага;
- 4) градуирани пипети со испусен отвор од 3 до 4 mm за разливање на подлогата (подлогата мора да се отпипетира во чиничиња во рок од 2 до 3 сек.);
- 5) шестар со два шилци за мерење на пречникот на зоните на инхибициите. Мерењето се врши на милиметарска хартија;
- 6) термостат;
- 7) механичко електрично маткало со држачи за конусни (ерлемнаер) тиквички;
- 8) полулогаритамска хартија за изработка на баждарен дијаграм.

Приготвување на Петриевите шолји (плочи)

Петриевите шолји се стерилизираат на температура од 160°C. Во претходно загрени плочи (50°C) се пипетираат по 5,5 ml инокулирана агарна подлога. Плочата веднаш се става на нивелирана подлога, се покрива со капак и се оладува. На таквата плоча се ставаат метални цилиндри со помош на пинцети при погодна шема.

Приготвување на стандардни раствори - стандардна редица

За изработка на баждарен дијаграм со помош на кој се пресметува концентрацијата на антибиотици во мострата, служи таканаречената стандардна редица - стандардни раствори од четири различни концентрации, од кои едната е референтна концентрација на стандардот. Стандардната редица, односно четирите концентрации на стандардот се добиваат со разредување на работниот раствор на стандардот со помош на соодветен пуфер или посебно приготвен разредувач.

Приготвување на мостри за анализа

Мострата за анализа се приготвува зависно од видот на мострата, како и од видот и концентрацијата на антибиотиците. Потребно е да се води сметка за тоа екстрактот на мострата да биде разреден врз основа на означената или претпоставената концентрација на антибиотици во изворната мостра во однос на концентрација, која што е еднаква или слична со референтната концентрација на стандардната редица.

Постапка за определување

Секоја концентрација на стандардната редица се става на секоја од вкупно 10 Петриеви шолји со инокулирана агарна подлога, и тоа во метални цилиндри распоредени во форма на крст. Растворот на мострата се става во два цилиндри коишто лежат еден наспроти друг, на секоја од 5 Петриеви плочи, додека во преостанатите два цилиндри од истите шолји се става референтна концентрација на стандардната редица. По инкубацијата на инокулираната агарна подлога (плочите се оставаат во термостат преку ноќ на температура од 30 °C) се добиваат 10 зони на

инхибиции за раствор на мостри и 10 зони на инхибиции за референтна концентрација на исти плочи. Исто така, се добиваат 10 зони на инхибиција за секоја од четирите концентрации на стандардната редица (10 плочи).

Баждарен дијаграм и пресметување

По инкубацијата се измеруваат пречниците на зоните на инхибициите добиени со одделни раствори на стандардната редица и со растворот на мострата, па се пресметуваат нивните средни вредности.

- A - средна вредност на сите пречници на зоните на инхибиција добиени со најголема концентрација во стандардната редица;
- B - средна вредност на сите пречници на зоните на инхибиција добиени со референтна концентрација на стандардите на плочите со мостра;
- C - средна вредност на сите пречници на зоните на инхибиција добиени со онаа концентрација од стандардната редица која се добива со разредување на најголемата концентрација во стандардната редица во однос 1 + 3;
- D - средна вредност на сите пречници на зоните на инхибиција добиени со најмала концентрација во стандардната низа. Таква концентрација е добиена со разредување на најголемата концентрација на стандардната редица во однос 1 + 7.

Баждарниот дијаграм се изработува со помош на две бројчени вредности (добиени од експерименталните податоци), и тоа:

$$H = \frac{7A + 4B + C - 2D}{10}$$

каде што е:

H - коригирана средна вредност на пречникот на зоните на инхибициите добиени со најголема концентрација во стандардната редица

$$L = \frac{7D + 4C + B - 2A}{10}$$

каде што е:

L - коригирана средна вредност на пречникот на зоните на инхибициите добиени со најмала концентрација во стандардната редица.

На апсцисата (линеарна скала) на полулогаритамска хартија се нанесуваат коригираните средни вредности H и L, а на ординатата (логаритамска скала) - концентрациите на стандардот што им припаѓаат на тие раствори. Низ пресекоот на линијата се повлекува права линија.

Активноста на антибиотикот во растворот на мострата е еднаква со вредноста на ординатата на онаа точка на баждарениот правец чијашто апсциса е еднаква со кориганата средна вредност на пречникот на зоните на зоните на инхибицијата добиени со растворот на мострата:

$$R_{\text{коригирано}} = R + (M - N)$$

каде што е:

R коригирано - коригирана средна вредност на пречникот на зоните на инхибицијата добиени со растворот на мостра;

M - коригирана средна вредност на пречникот на зоните на инхибицијата добиени со референтната концентрација;

R - средна вредност на сите пречници на зоните на инхибициите добиени со растворот на мострата (според претпоставка, мора да содржи исто количество на антибиотици како и референтната концентрација во стандардната редица);

N - средна вредност на сите пречници на зоните на инхибициите добиени со референтна концентрација во стандардната редица на плочите на кои таа се наоѓа заедно со растворот на мострата.

45. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ОКСИТЕТРАЦИКЛИН – ХИДРОХЛОРИД (ОТС HCl)

А. Добиточна храна која содржи повеќе од 50 mg/kg ОТС HCl

Реагенси и тест – микроорганизам:

- 1) фосфатен пуфер pH = 4,5 (во натамошниот текст: пуфер);
- 2) раствор на хлороводородна киселина, c(HCl) = 0,1 mol/l;
- 3) раствор на натриум хидроксид, c(NaOH) = 1 mol/l;
- 4) хранлива агарна подлога pH = 5,6 – 5,7;
- 5) тест микроорганизам: *Bacillus cereus var. mycoides* ATCC 9634 NCTC 10 380;
- 6) стандард ОТС ХЦЛ: како стандарден раствор служи базата ОТС, со емпириска формула $C_{22}H_{24}N_2O_6$, со теориска активност од 1000 $\mu\text{g}/\text{mg}$, кој се топи во 0,1 mol/HCl/l.

Постапка

На аналитичка вага се одмеруваат околу 5,0 g хомогенизирана мостра, се пренесуваат квантитативно во тиквичка за јоден број од 250 ml и се додаваат точно 1000 ml 0,1 mol (HCl)/l. Содржината на тиквичката се матка со механичко маткало 1 h. Екстрактот се профилтрира преку сува, збрчкана филтрир хартија. Аликвотниот дел на филтратот се разредува со пуфер до концентрација на ОТС од 0,4 $\mu\text{g}/\text{ml}$, што и одговара на референтната концентрација на стандардот. Филтратот се разредува врз основа на претпоставеното количество на ОТС во мострата.

Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува соодветно количество на ОТС база, се истопува во 0,1 mol (HCl)/l и со ист раствор се дополнува до ознаката. Тоа е работен раствор на стандардот, кој може да се употребува еден месец ако се чува на температура од + 4°C. Секој милитар работен раствор на стандардот мора да содржи 1000 μg на ОТС база. Со натамошното разредување со пуфер се приготвува стандардна редица, и тоа:

- 0,8 $\mu\text{g}/\text{ml}$;
- 0,4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ – референтна концентрација;
- 0,2 $\mu\text{g}/\text{ml}$;
- 0,1 $\mu\text{g}/\text{ml}$

Растворите на мострите и на стандардната редица приготвени на тој начин се ставаат врз Петриевите плочи што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на ОТС се пресметува според опишаната постапка. Со оглед на тоа што концентрацијата на антибиотици на ОТС е изразена како ОТС база, добената вредност треба да се помножи со факторот 1,078 (однос на теориската активност на ОТС база и на ОТС HCl). Тогаш концентрацијата е изразена на форма ОТС HCl.

Б. Добиточна храна што содржи помалку од 50 mg/kg ОТС HCl

За определување на мали количества на ОТС во добиточната храна, покрај другите реагенси опишани во претходниот метод, се употребува и разредувач.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 10,0 g на хомогенизирана мостра квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се додаваат точно 100 ml 0,1 (HCl)/l. Содржината на тиквичката се матка во механичка маткало 1 h, и екстрактот се филтрира преку сува, збрчкана филтрир хартија. Точно 20 ml екстракт се отпипетираат во чаша со зафатнина од 100 ml и pH вредност на растворот се дотерува со 1 mol (NaOH)/l на pH = 4,5. Се забелува потрошокот на базата и на растворот му се додава онолку пуфер што вкупната зафатнина на течноста во чашата да изнесува 25 ml. Аликвотниот дел на екстрактот се разредува со пуфер на концентрација од 0,4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (се разредува врз основа на претпоставеното количество на ОТС во добиточната храна). Концентрација од 0,2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ што и одговара на референтната кон-

центрација во стандардната низа се добива со разредување со разредувач.

Приготвување на разредувач

Се одмерува исто количество на слепа проба (без ОТС) и на мострата која се анализира и се подложува на иста постапка на екстракција и коригирање на pH вредност. Така приготвениот екстракт на слепа проба се разредува со пуфер во ист однос во кој е разреден аналогно приготвениот екстракт на оригиналната мостра при разредувањето на концентрација од 0,4 $\mu\text{g}/\text{ml}$.

Стандард

На аналитичка вага се одмеруваат 10,0 g слепа проба во тиквичка за јоден број и се додава толку ОТС база што концентрацијата да биде еднаква со претпоставеното количество на ОТС во мострата. Натамошната постапка е иста како и при приготвувањето на мострите. Најголемата концентрација во стандардната редица во овој случај 0,4 $\mu\text{g}/\text{ml}$, се разредува со разредувач на концентрациите:

- 0,2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ – референтна концентрација;
- 0,1 $\mu\text{g}/\text{ml}$;
- 0,05 $\mu\text{g}/\text{ml}$;

Растворите на мострата и на стандардот приготвени на тој начин се ставаат врз Петриевите плочи што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на ОТС се преслишува исто така според опишаната постапка.

46. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ХЛОРТЕТРАЦИКЛИН – ХИДРОХЛОРИД (СНТС HCl)

А) Добиточна храна што содржи повеќе од 50 mg/kg СТС HCl

Реагенси и тест-микроорганизам:

- 1) фосфатен пуфер pH = 4,5 (во натамошниот текст: пуфер);
- 2) ацетон, р.а.;
- 3) концентрирана хлороводородна киселина, ХСл;
- 4) раствор на натриум хидроксид, c (NaOH) 1 mol/l;
- 5) хранлива агарна подлога, pH = 5,6 – 5,7;
- 6) тест-микроорганизам: *Bacillus cereus var. mycoides* ATCC 9633 NCTC 10380;
- 7) стандард СНТС HCl: како стандард служи хлортетрациклин-хидрохлорид, со емпириска формула $C_{22}H_{23}N_2O_6Si$ HCl, со теоретска активност од 1000 $\mu\text{g}/\text{mg}$ кој се топи во дестилирана вода.

Постапка

На аналитичка вага се одмеруваат околу 5,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml и се додаваат точно 100 ml кисел раствор на ацетон (650 ml ацетон + 20 ml концентрирана HCl и дестилирана вода до 1000 ml). Содржината на тиквичката се матка во механичко маткало 1 h, а потоа растворот се допонува до ознаката со фосфатен пуфер се измешува и се профилтрира преку сува, збрчкана филтрир хартија. Аликвотниот дел на филтратот се разредува со пуфер на концентрација СНТС HCl од 0,04 $\mu\text{g}/\text{ml}$, што и одговара на референтната концентрација на ист антибиотик во стандардната редица. Аликвотниот дел на филтратот се разредува врз основа на претпоставеното количество на СНТС HCl во мострата.

Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува соодветна количество на СНТС HCl на стандардот и се растворува во пуфер, со кој се дополнува до ознаката. Тоа е работен раствор на стандардот кој во 1 μl мора да содржи 1000 mg СНТС HCl. Со натамошното разредување на работниот раствор на стандардот со пуфер се приготвува стандардната редица, и тоа:

- 0,08 $\mu\text{g}/\text{ml}$;
- 0,04 $\mu\text{g}/\text{ml}$ – референтна концентрација;
- 0,02 $\mu\text{g}/\text{ml}$;
- 0,01 $\mu\text{g}/\text{ml}$;

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат врз Петриеви плочи кои се инкубираат според опишаната постапка. Концентрациите на СНТС HCl се пресметуваат исто така според опишаната постапка.

Б) Добиточна храна која содржи помалку од 50 mg/kg СНТС HCl

За определување на мали количества на олеандомицин во добиточната храна покрај другите реагенси опишани во претходната метода, се употребува и разредувач.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 10,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се додаваат точно 100 ml кисел раствор на ацетон (650 ml ацетон, 20 ml концентрирана HCl и дестилирана вода до 1000 ml). Содржината на тиквичката се матка I h во механичко маткало а екстрактот се филтрира преку сува, збрчкана филтрир хартија. Точно 20 ml екстракт се отпипетираат во чаша со зафатнина од 100 ml и pH вредност на растворот се приспособува на 4,5 со помош на 1 mol (NaOH)/l. Се забележува потрошокот на базата и на растворот му се додава толку пуфер што вкупната зафатнина на течноста во чашата да биде 25 ml. Растворот се филтрира и аликвотниот дел се разредува со пуфер на концентрација од 0,08 µg/ml (врз основа на претпоставеното количество на наведениот антибиотик во мострата). Тој раствор понатаму се разредува со разредувач на концентрација на СНТС HCl од 0,04 µg/ml, што и одговара на референтната концентрација на стандардната редица.

Приготвување на разредувач

Се одмерува исто количество од слепата проба (без антибиотик) и на мострата што се анализира и се подложува на иста постапка на екстракција и коригирање на pH вредност. Така приготвениот екстракт на слепа проба се разредува со фосфатен пуфер во ист однос во кој е разреден аналогно приготвениот екстракт на оригиналната мостра при разредувањето на концентрација од 0,08 µg/ml.

Стандард

Се одмеруваат 10,0 g од слепа проба (добиточна храна без присуство на антибиотици) во тиквичка за јоден број и се додаваат толку СНТС HCl стандард што концентрацијата да му одговара на претпоставеното количество на СНТС HCl во мострата. Натомошната постапка е иста како и при приготвувањето на мострата (екстракции, приспособување на pH вредност итн.). Растворот на концентрацијата 0,08 µg СНТС HCl/ml (најголема концентрација во стандардната редица) се разредува со разредувач на концентрациите:

- 0,04 µg/ml – референтна концентрација;
- 0,02 µg/ml;
- 0,01 µg/ml

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на СНТС HCl во изворите се пресметува исто така според опишаната постапка.

47. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ОЛЕАНДОМИЦИН

А) Добиточна храна што содржи повеќе од 100 mg/kg олеандомицин

Реагенси и тест-микро организам

- 1) фосфатно бикарбонатен пуфер pH = 8 (во натомошниот текст: пуфер);
- 2) хранлива агарна подлога pH = 7,8 – 8,0;
- 3) метанол р.а.;
- 4) тест микроорганизам; *Sarcina lutea* ATCC 9341;
- 5) стандард на олеандомицин: како стандард служи олеандомицин, со емпирирска формула $C_{33}H_{61}NO_{12}$, со теоретска активност од 1000 µg/mg, топлив во метанол.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 5,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml, се додава 150 ml пуфер и I h се матка во механичко маткало. Раствор до ознаката се дополнува со ист пуфер се промешува и екстрактот се филтрира преку сува, збрчкана филтрир хартија. Аликвотниот дел на филтратот се разредува со пуфер на концентрација 0,1 µg/ml што и одговара на референтната концентрација на стандардот односно на стандардната редица. Аликвотниот дел на филтратот се разредува врз основа на претпоставеното количество на олеандомицин во мострата.

Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува соодветно количество на олеандомицин – стандард, се растворува во малку метанол и добиениот раствор се разредува со пуфер до ознаката се дополнува. Тоа е работен раствор на стандардот кој мора да содржи 1000 µg/1 ml олеандомицин. Со натомошно разредување со пуфер се приготвува стандардната редица, и тоа:

- 0,20 µg/ml;
- 0,10 µg/ml – референтна концентрација;
- 0,05 µg/ml;
- 0,025 µg/ml.

Растворите на мострата и на стандардната редица приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи, кои се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на олеандомицинот се пресметува исто така според пропишаната постапка.

Б) Добиточна храна која содржи помалку од 100 mg/kg олеандомицин

За определување на мали количества на олеандомицин во добиточната храна, покрај другите реагенси и стандарди опишани во претходниот метод се употребува и разредувач.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 10,0 g хомогенизирана мостра квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се додаваат точно 100 ml пуфер. Содржината на тиквичката се матка I h во механичко маткало а екстрактот се филтрира преку сува, збрчкана филтрир хартија. Аликвотниот дел на екстрактот се разредува со ист пуфер на концентрација од 0,20 µg олеандомицин/1 ml (се разредува врз основа на претпоставеното количество на олеандомицин во мострата). Тој раствор се разредува со разредувач на концентрација од 0,1 µg олеандомицин/1 ml, што и одговара на референтната концентрација на стандардната редица.

Приготвување на разредувач

На аналитичка вага се одмеруваат околу 10 g слепа проба (без антибиотици и се префрлаат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се подложуваат на иста постапка како и анализираната мостра. Така приготвениот екстракт на слепа проба се разредува со пуфер во ист однос во кој е разреден аналогно приготвениот екстракт на мострата при разредувањето на концентрација од 0,20 µg олеандомицин/1 ml.

Стандард

На аналитичка вага се одмеруваат 10,0 g слепа проба во тиквичка за јоден број созафатнина од 250 ml и се додава толку стандард на олеандомицин што концентрацијата да биде еднаква со претпоставеното количество на олеандомицин во мострата. Понатамошната постапка е иста како и за приготвување на мострата (екстракција, филтрирање итн.). Концентрацијата од 0,20 µg олеандомицин во 1 ml (најголема концентрација на олеандомицин во стандардната редица) се разредува со разредувач на концентрацијата;

- 0,1 µg/1 ml – референтна концентрација;
- 0,05 µg/1 ml;
- 0,025 µg/1 ml;

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи, што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на олеандомицин се пресметува исто така според опишаната постапка.

48. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА БЕНЗАТИН-ПЕНИЦИЛИН G

A) Добиточна храна која содржи повеќе од 100 mg/kg бензатин пеницилин G

Реагенси и тест-микроорганизам

- 1) фосфатен пуфер pH = 6 (во натамошниот текст: пуфер);
- 2) N, N' - диметилформаид р. а.;
- 3) физиолошки раствор;
- 4) хранлива подлога pH = 6,5 - 6,6;
- 5) тест-микроорганизам: *Sarcina lutea* ATCC 9341;
- 6) стандард бензатин пеницилин G: како стандард служи бензатин пеницилин G, со емпирирска формула $(C_{16}H_{18}N_2O_2S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2 \cdot 4H_2O$; со теоретска активност 1211 I.J./1 mg, се топи во N, N' - диметилформаид.

Постапка

На аналитичка вага се одмеруваат околу 5,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml, се додаваат 100 ml N, N' - диметил-формаид и содржината на тиквичката се матка 1 h во механичко маткало. Волуменот на растворот потоа се дополнува со пуфер до ознаката, се промешува и екстрактот се филтрира преку сува, збрчкана филтрир-хартија. Аликвотниот дел на екстрактот се разредува со пуфер на концентрација од 0,4 µg бензатин-пеницилин G/1 ml, што и одговара на референтната концентрација на ист антибиотик во стандардната редица. Разредувањето се изведува врз основа на претпоставеното количество на бензатин пеницилин G во мострата.

Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува соодветно количество на бензатин-пеницилин од G стандард, се растворува во N, N' - диметил-формаид и зафатнината се дополнува со ист раствор до ознаката. Тоа е работен раствор на стандардот кој во 1 ml мора да содржи 1000 µg бензатин-пеницилин. Со натамошно разредување со пуфер се приготвува стандардната редица и тоа:

- 0,8 µg/ml;
- 0,4 µg/ml - референтна концентрација;
- 0,2 µg/ml;
- 0,1 µg/ml.

Растворите на мострата и на стандардната редица приготвени на тој начин се ставаат на петриеви плочи што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на бензатин-пеницилин G се пресметува исто така според опишаната постапка.

B) Добиточна храна која содржи помалку од 100 mg/kg бензатин-пеницилин G

За определување на мали количества на бензатин пеницилин G во добиточна храна, покрај другите реагенси, опишани во претходната метода, се употребува и разредувач.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 10,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml, и се додаваат 100 ml N, N' - диметилформаид. Содржината на тиквичката се матка 1 h во механичко маткало а екстрактот се филтрира преку сува збрчкана филтрир хартија. Аликвотниот дел на екстрактот се разредува со пуфер на концентрација од 0,4 µg/ml (врз основа на претпоставеното количество на наведениот антибиотик во мострата). Тој раствор се разредува со разредувач на концентрација од 0,2 µg/ml, што и одговара на референтната концентрација на стандардната редица.

Приготвување на разредувач

Се одмерува исто количество на слепа проба и на мострата што се анализира и се подложува на иста постапка на екстракција како и анализираната мостра. Така приготвениот екстракт на слепа проба се разредува со пуфер во ист однос во кој е разреден аналогно приготвениот екстракт на мострата при разредувањето на концентрација од 0,4 µg/ml бензатин пеницилин G.

Стандард

Се одмеруваат 10,0 g слепа проба во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml, и се додава толку бензатин-пеницилин од G стандард што концентрацијата да биде еднаква со претпоставеното количество на бензатин пеницилин G во мострата. Понатамошната постапка е иста како и при приготвувањето на мострата. Концентрацијата од 0,4 µg бензатин-пеницилин G/1 ml (најголема концентрација во стандардната редица) се разредува со разредувач на концентрацијата:

- 0,20 µg/1 ml - референтна концентрација;
- 0,10 µg/1 ml;
- 0,05 µg/ml.

Растворите на мострата и стандардната редица приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи, што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрација на бензатин-пеницилин G се пресметува исто така според опишаната постапка.

49. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ЦИНК БАЦИТРАЦИН

A) Добиточна храна која содржи повеќе од 50 mg/kg цинк бацитрацин

Реагенси и тест-микроорганизам

- 1) фосфатен пуфер pH = 6 (во натамошниот текст: пуфер);
- 2) хранлива агарна подлога pH = 6,5 - 6,6;
- 3) хлороводородна киселина, концентрирана;
- 4) физиолошки раствор за измивање на тест микроорганизам;
- 5) тест-микроорганизам: *Micrococcus flavus* ATCC 10240-A NCTC или *Sarcina lutea* ATCC 9341;
- 6) стандард на цинк-бацитрацин: како стандард служи цинк-бацитрацин, со емпирирска формула $C_{66}H_{103}O_{16}N_{17}S$ (1 молекул содржи 1-2 еквиваленти на цинк). Теоретската активност на цинк-бацитрацин е 56 I.J./1 mg. Стандардот се топи во закиселен воден раствор, во кој pH вредност е помала од 5.

Постапка

На аналитичка вага се одмеруваат околу 5,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 25 ml и се додаваат точно 25 ml разредена хлороводородна киселина (1 зафатнински дел концентрирана HCl + 2,5 зафатнински делови на дестилирана вода) и содржината се матка 1 h во механичко маткало. Потоа на екстрактот му се додаваат 75 ml пуфер и се промешува. По филтрирањето преку сува, збрчкана филтрир-хартија аликвотниот дел на екстрактот се разредува на 0,1 µg цинк-бацитрацин/1 ml, што и одговара на референтната концентрација во стандардната редица. Аликвотниот дел на екстрактот се разредува врз основа на претпоставеното количество на цинк-бацитрацин во мострата.

Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува потребно количество стандард, на цинк-бацитрацин се растворува во разредена хлороводородна киселина (1 зафатнински дел на концентрирана HCl + 2,5 зафатнински делови дестилирана вода) и со пуфер се дополнува до ознаката. Тоа е работен раствор на стандардот, кој мора да содржи 1000 µg цинк-бацитрацин/1 ml. Со натамошно разредување со пуфер се приготвува стандардната редица, и тоа:

- 0,20 µg/1 ml;
- 0,10 µg/1 ml; - референтна концентрација;

0,05 µg/1 ml;
0,025 µg/1 ml.

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеве плочи што се инкубират според опишаната постапка. Концентрацијата на цинк-бацитрацин се пресметува исто така според опишаната постапка.

Б) Добиточна храна која содржи помалку од 50 mg/kg цинк-бацитрацин

За определување на мали количества на цинк-бацитрацин во добиточната храна, покрај другите реагенси опишани во претходниот метод, се употребува и разредувач.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 10,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се додаваат 25 ml разредена HCl (1 зафатнински дел на концентрирана HCl + 2,5 зафатнински делови дестилирана вода). Содржината на тиквичката се матка 1 h во механичко маткало. Потоа на екстрактот му се додава точно 75 ml пуфер и се промешува. По филтрирањето на екстрактот преку сува, збрчкана филтрир-хартија, аликвотниот дел на екстрактот се разредува на концентрација на цинк-бацитрацин од 0,2 µg/1 ml, врз основа на претпоставеното количество на цинк-бацитрацин во мострата. Тој раствор се разредува со помош на разредувач на концентрација од 0,1 µg цинк-бацитрацин/1 ml, што ѝ одговара на референтната концентрација во стандардната редица.

Приготвување на разредувач

Се одмеруваат околу 10,0 g слепа проба (без цинк-бацитрацин) во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се подложуваат на иста постапка како и анализираната мостра. Така приготвениот екстракт на слепа проба се разредува со пуфер во ист однос во кој е разреден аналогно приготвениот екстракт на мострата при разредувањето на концентрација од 0,2 µg цинк-бацитрацин/1 ml.

Стандард

Се одмеруваат 10,0 g слепа проба (без антибиотици) во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се додава толку стандард на цинк-бацитрацин што концентрацијата да биде еднаква со претпоставеното количество на цинк-бацитрацин во мострата. Натомашната постапка е иста како и кај приготвувањето на мострата. Концентрацијата од 0,20 µg/1 ml (најголема концентрација во стандардната редица) се разредува со разредувач на концентрацијата:

0,10 µg/1 ml – референтна концентрација;
0,05 µg/1 ml;
0,025 µg/1 ml.

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеве плочи, што се инкубират според опишаната постапка. Концентрацијата на цинк-бацитрацин се пресметува исто така според опишаната постапка.

50. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ТИЛОЗИН

А) Добиточна храна која содржи повеќе од 100 mg/kg тилозин

Реагенси и тес – микроорганизам

- 1) фосфаен пуфер pH = 8 (во натоношните текст: пуфер);
- 2) хранлива агарна подлога pH = 7,8 – 8,0;
- 3) метанол п.а.;
- 4) тест – микроорганизам: *Sarcina lutea* ATCC 9341;
- 5) стандард на тилозин: како стандард служи тилозин-базата, со теоретска активност 1050 µg/mg, што се топи во метанол.

Постапка

На аналитичка вага, се одмеруваат околу 5,0 g хомогенизирана мостра, се пренесуваат квантитативно во одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml, се додаваат 25 ml

пуфер и 75 ml мешавина на метанол и пуфер во однос 8 : 7. Содржината на тиквичката се матка 1 h во механичко маткало а, 1 h зафатнината во тиквичката се дополнува до ознаката со мешавина на метанол и пуфер во однос 4 : 6. Добиениот екстракт се филтрира преку сува, збрчкана филтрир хартија и се разредува со мешавина на метанол и пуфер (4 + 6) на концентрација до 0,50 µg тилозин/1 ml ѝ одговара на референтната концентрација од стандардната редица.

Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува соодветно количество на стандард на тилозин, се растворува во малку метанол и добиениот раствор се разредува до ознаката со мешавина на метанол и пуфер (4 + 6). Тоа е работен раствор на стандардот кој во 1 ml мора да содржи 1000 µg тилозин. Со натоношните разредувања со иста мешавина се подготвува стандардната редица, и тоа:

1,00 µg/1 ml;
0,50 µg/1 ml; – референтна концентрација;
0,250 µg/1 ml;
0,125 µg/1 ml.

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеве плочи, што се инкубират според опишаната постапка. Концентрацијата на тилозин се пресметува исто така според приложената постапка.

Б) Добиточна храна која содржи помалку од 100 mg/kg тилозин

За определување на мали количества тилозин во добиточната храна, покрај другите реагенси опишани во претходниот метод, се употребува и разредувач.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 10,0 g хомогенизирана мостра и квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се додаваат 25 ml пуфер и 75 ml мешавина на метанол и пуфер (8 + 7). Содржина на тиквичката се матка 1 h во механичко маткало, екстрактот се декантира во одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml, а остатокот во тиквичката се екстрахира уште еднаш половина саат со мешавина на метанол и пуфер (4 + 6). Тој вториот екстракт се декантира во истата одмерна тиквичка, талогот два до три пати се измива со ист растворувач по што зафатнината се дополнува до ознаката. Добиениот екстракт се профилирира преку сува тбрјаба филтрир-хартија и аликвотниот дел се разредува со мешавина на растворот на метанол и пуфер (4 + 6) на концентрација на тилозин од 1 µg/1 ml (се разредува врз основа на претпоставеното количество на тилозин во мострата). Тој раствор се разредува со разредувач на концентрација од 0,50 µg/1 ml, што ѝ одговара на референтната концентрација во стандардната редица.

Приготвување на разредувач

Се одмеруваат околу 10,0 g слепа проба (без антибиотици) во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се подложува на иста постапка како и анализираната мостра. Така приготвениот екстракт на слепа проба се разредува со мешавина на метанол и пуфер (4 + 6) во ист однос во кој е разреден аналогно приготвениот екстракт на мострата при разредувањето на концентрација од 1 µg тилозин/1 ml.

Стандард

Се одмеруваат околу 10,0 g слепа проба во тиквичка за јоден број, со зафатнина од 250 ml и се додава толку стандард на тилозин што концентрацијата да биде еднаква со претпоставеното количество на тилозин во мострата. Натомашната постапка е иста како и при приготвувањето на мострата (екстракција, филтрирање итн). Концентрацијата од 1 µg тилозин/1 ml (најголема концентрација во стандардната редица се разредува со разредувач на концентрацијата:

0,50 µg/1 ml – референтна концентрација;
0,25 µg/1 ml;
0,125 µg/1 ml.

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи и се инкубираат спред опишаната постапка. Концентрацијата на тилозин исто така се пресметува според опишаната постапка.

51. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА НЕОМИЦИН

А) Добиточна храна што содржи повеќе од 100 mg/kg неомицин

Реагенси и тест-микроорганизам

За определување се користат следните реагенси:

- 1) фосфатен пуфер рН = 8 (во натамошниот текст: пуфер);
- 2) хранлива агарна подлога рН = 7,8 - 8,0;
- 3) физиолошки раствор;
- 4) тест-микроорганизам: *Micrococcus ruohenes var. augescus* ATCC 6538-P;
- 5) стандард-неомицин: како стандард служи неомицин, со емпирирска формула $C_{23}H_{46}N_6O_{18}$, со теоретска активност од 1000 $\mu\text{g}/\text{mg}$, кој се топи во дестилирана вода.

Постапка

На аналитичка вага се одмерува околу 5,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесува во одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml, се додаваат 100 ml пуфер и содржината на тиквичката се матка 1 h во механичко маткало. Екстрактот се профилира преку сува, збрчкана филтрир-картија. Аликвотниот дел на екстрактот се разредува со пуфер на концентрација од 1 μg неомицин/1 ml (се разредува врз основа на претпоставеното количество на неомицин во мострата). Концентрацијата од 1 μg неомицин на 1 ml ѝ одговара на референтната концентрација од стандардната редица.

Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува потребно количество на стандард неомицин, се растворува во малку дестилирана вода и добиениот раствор на стандард кој во 1 ml μg неомицин. Со натамошно со пуфер се разредува до ознаката. Тоа е работен раствор разредување со истиот пуфер се подготвува стандардната редица, и тоа:

- 2,00 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$;
- 1,00 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$ - референтна концентрација;
- 0,50 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$;
- 0,25 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$.

Растворите на мострата и на стандардната редица приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи, што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на неомицин се пресметува исто така според опишаната постапка.

Б) Добиточна храна што содржи помалку од 100 mg/kg неомицин

За определување на мали количества неомицин во добиточната храна, покрај другите реагенси се употребува и разредувач.

Приготвување на мостра

Се одмеруваат околу 10,0 g на хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml, и се додаваат 100 ml пуфер. Содржината на тиквичката се матка 1 h во механичко металко 1 h. Добиениот екстракт се профилира преку сува, збрчкана филтрир-картија, аликвотниот дел се разредува со ист пуфер на концентрација од 2,0 μg неомицин/1 ml (се разредува врз база на претпоставеното количество на неомицин во мострата). Тој раствор се разредува со разредувач на концентрација од 1 g неомицин на 1 ml, што ѝ одговара на референтната концентрација на стандардната редица.

Приготвување на разредувач

Се одмеруваат околу 10,0 g слепа проба (без антибиотици) во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml и се подложуваат на иста постапка како и анализираната мостра. Така приготвениот екстракт на слепа проба се разредува со пуфер во ист однос во кој е разреден аналогно приготвениот екстракт на мострата при разредувањето на концентрација од 2,00 μg неомицин база/1 ml.

Стандард

Се одмеруваат 10,0 g слепа проба во тиквичка за јоден број со зафатнина од 250 ml, и се додава стандард на неомицин што концентрацијата да биде еднаква со претпоставеното количество неомицин во мострата. Натамошната постапка е иста како и кај приготвувањето на мостра (екстракција, филтрирање инт). Концентрацијата од 2,00 μg неомицин/1 ml (најголема концентрација на неомицин во стандардната редица) се разредува со разредувач на концентрација:

- 1,00 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$ - референтна концентрација;
- 0,50 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$;
- 0,025 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$.

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи што се инкубираат според опишаната постапка.

Концентрацијата на неомицинот се пресметува исто така според опишаната постапка

52. ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА ВИРГИНИАМИЦИН

А) Добиточна храна што содржи повеќе од 50 mg/kg виргиниамицин

Реагенси и тест - микроорганизам:

- 1) метанол, п.а.;
- 2) хранлива агарна подлога рН = 7,4;
- 3) тест - микроорганизам: *Sarcina lutea* ATCC 9341;
- 4) стандард-виргиниамицин: како стандард служи работниот стандард на виргиниамицин, со теоретска активност од 1900 I.J./1 mg, кои се топат во метанол.

Приготвување на мостра

На аналитичка вага се одмеруваат околу 5,0 g хомогенизирана мостра, квантитативно се пренесуваат во одмерна тиквичка со зафатнина од 250 ml, се додаваат 60 ml метанол и се матка 1 h во механичко маткало. Зафатнината на растворот се дополнува до ознаката со дестилирана вода и екстрактот се филтрира преку збрчкана сува филтрир-картија. Аликвотниот дел од филтратот се разредува со вода на концентрација од 2,0 μg виргиниамицин/1 ml, што ѝ одговара на референтната концентрација во стандардната редица. Аликвотниот дел од филтратот се разредува врз основа на претпоставеното количество на виргиниамицин во мострата.

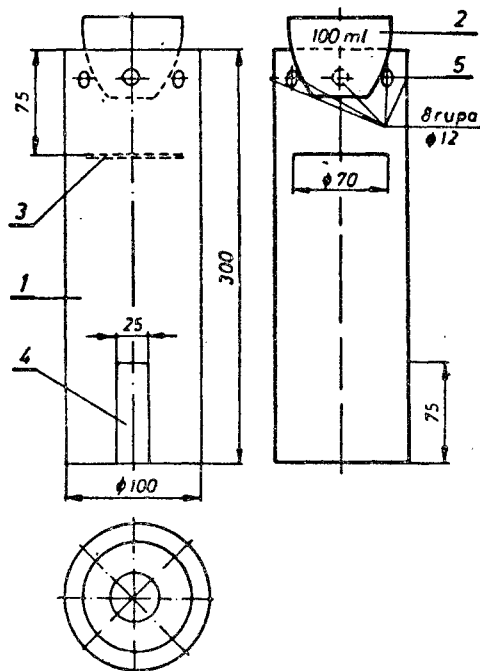
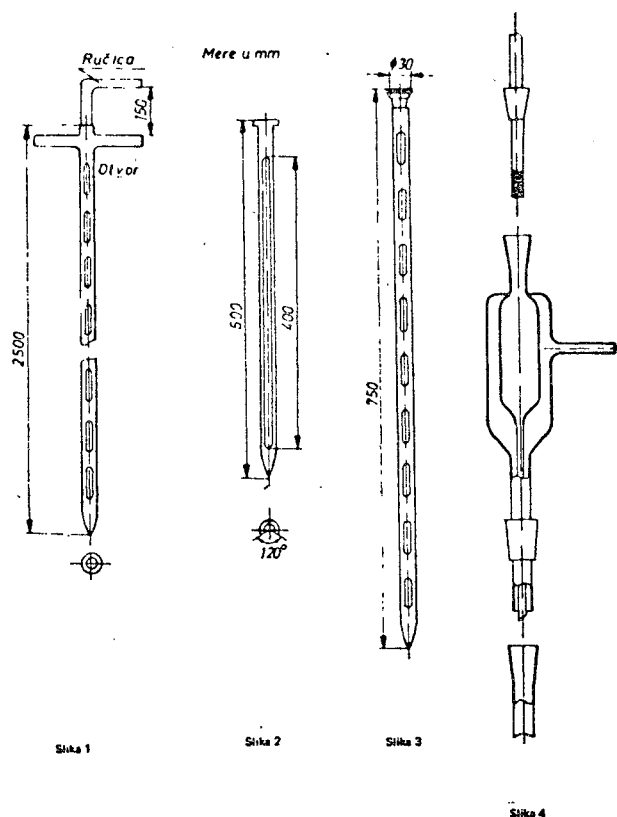
Стандард

Во одмерна тиквичка со зафатнина од 50 ml се одмерува потребно количество на стандардот на виргиниамицин, се растворува во малку метанол и добиениот раствор се разредува до ознаката со дестилирана вода. Тоа е работен раствор на стандардот кој во 1 ml мора да содржи 1000 μg виргиниамицин. Со натамошните разредувања со дестилирана вода се подготвува стандардната редица, и тоа:

- 4,00 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$;
- 2,00 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$ - референтна концентрација;
- 1,00 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$;
- 0,50 $\mu\text{g}/1 \text{ ml}$.

Растворите на мострата и стандардот приготвени на тој начин се ставаат на Петриеви плочи, што се инкубираат според опишаната постапка. Концентрацијата на виргиниамицин се пресметува исто така според опишаната постапка.

ОДЛИКУВАЊА



УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликуваат:

Од СР Босна и Херцеговина

– за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Џановиќ Мехмеда Шефкија, Мартиновиќ Винка Смиљан, Османбеговиќ Мустафе Ѓазим, Зелиќ Вјекослава Владимир;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Ајановиќ Мурата Исмаил, Чучак Михајла Татјана, Деспотовиќ Предрага Недељко, Додиг Николе Звонко, Драгичевиќ Николе Крешо, Џемаила Алије Хасан, Ивковиќ Ристе Милан, Кораќ-Јовичиќ Миленка Ружа, Крешиќ-Мусулин Ивана Марица, Мешиќ Ибрахима Абаз, Меших-Ибрахимагиќ Алије Бисера, Мујановиќ Нешиба Мехмед, Њемчевиќ Исмета Фадил, Палиќ-Тириќ Беџира Фикрета, Пашиќ-Махмутовиќ Адила Мејрема, Пећанин Хамзе Вејсил, Прскало Ивана Владислав, Радиќ Бошка Томислав, Ристовиќ Војислава Вељко, Сефо Тахира Суад, Шариќ Шерифа Митхат, Шехиќ Хасана Есад, Шетка Филипа Раде, Шкрба Шћепана Димитрије, Вукшиќ Јуре Милан, Зилиќ Мује Ѓенка, Зиројевиќ Спасоја Драго, Зуровиќ Теофила Слободан;

– за заслуги и постигнати успеси во работата од значење за социјалистичката изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА
СВЕЗДА

Бошковиќ Лазара Анђелко, Ѓукиќ Милоша Никола, Ѓурица Марка Ѓорѓо, Косариќ Хусеина Омер, Куленовиќ Есада Хусеин, Матиќ Видоја Илија, Винтерхалтер-Јадриќ Милана Мира, Вранкиќ Мирка Нико, Зилиќ Томе Петар;

– за заслуги во развивањето и реализирањето на концепцијата на општонародната одбрана и за успеси во подигањето на воено-стручното знаење и борбената готовност на нашите граѓани

СО ОРДЕН ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ СО СРЕБРЕНИ
МЕЧЕВИ

Куртовиќ Ахмета Хасан;

– за заслуги во социјалистичката изградба на земјата

СО МЕДАЛ ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД

Драгичевиќ Павла Домин, Јовиќ Луке Владо, Остојиќ Ивана Вице, Приморац Ивана Миленко, Сушац Ивана Младен;

– за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Авдиќ-Вилиќ Мушана Садета, Иванковиќ Николе Здравко, Ковачиќ Хасана Шефик, Нерадин Салиха Захид, Сердар Луке Мато, Зукановиќ Салке Хасан;

Од СР Словенија

- за покажана храброст во спречувањето на човечки животни

СО МЕДАЛ ЗА ХРАБРОСТ

Марковец Жожефа Франц, Пахор Хинка Миран;

Од СР Србија

- за заслуги и постигнати успеси во работата од значење за социјалистичката изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА СВЕЗДА

Андријевски Ристо Томислав, Цветковић Радована Драгомир, Цветковић Стојана Милорад, Чампа Антуна Антун, Даниловић Будимира Никола, Ђорђевић Најлена Милован, Јовановић Радисава Добросав, Костић Димитрија Сениша, Николић Боривоја Божидар, Стевановић Луке Славко;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Стајић Костадина Љубомир;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Благојевић Петра Власта, Богдановић Александра Витко, Ѓирић Божидара Живојин, Делић Душана Божидар, Драгићевић Вуко Милорад, Дурмишевић Хасана Душан, Ђокић Радована Миодраг, Ђорић Момчила Владимир, Джунић Јована Миодраг, Игић-Марушић Вукана Олгица, Јакшић Миладина Светозар, Јаначковић Векослава Томислав, Јевтић Новака Милан, Јоцић Божидара Драгослав, Јовановић Николе Богомир, Јовановић Ристе Михајло, Јовић Стојадина Радоје, Костић Божидара Љубомир, Костић Петра Никола, Костић Боривоја Ратомир, Костић-Глишић Рангела Светлана, Костић Јордана Зорица, Крстић Александра Ненад, Крстић Александра Славко, Лазаревић Симе Милорад, Љубић Стојана Радојка, Маринковић-Нешић Миливоја Мирка, Миладиновић Бранислава Сениша, Миленковић Станка Станоје, Милошевић Милорада Славолуб, Митић Светозара Будимир, Митић Милована Љубиша, Николић Петра Драган, Николић Ранђела Јован, Николић Сокола Младен, Николић Владимира Петар, Панић Божидара Сениша, Павловић Кузме Милан, Пејчић Чедомира Душан, Пешић Миливоја Обрад, Пешић Ђорђа Стојан, Петровић Јордана Божидар, Петровић Велимира Божидар, Поповић Борисава Драгољуб, Потић Владимира Бранислав, Ранчић Чедомира Влајко, Руди-Лапчевић Николе Љиљана, Сеша Илије Ђуро, Соколовић Србислава Бранислав, Стаменковић Душана Јован, Станковић Витомира Лазар, Ставел Милана Иван, Стојановић Ђорђа Благоје, Стошић Благоја Светозар, Сетер Вилка Вилем, Шкрбан Стефана Антон, Томаговић Милисава Урош, Тошић Димитрија Јован, Тошић Видена Вукашин, Тричковић Будимира Радомир, Васиљевић Добривоја Срболуб, Величковић Мирка Светислав, Вељић Михајла Сениша, Верешчагина Василија Људмила, Веселиновић Лазара Станко, Видановић Милована Бранислав, Здравковић Војислава Лазар;

- за залагање во социјалистичката изградба на земјата

СО МЕДАЛ ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД

Ахметовић Хашима Сабрија, Цветковић Војислава Томислав, Илић Драгомира Драган, Кнежевић Пере Зоран, Костић Сретена Ђорђе, Матић Боривоја Зоран, Милосављевић Владимира Драги, Николић Чедомира Миодраг, Прелић Васе Драгомир, Ристић Александра Бранислав, Ристић Војислава Чедомир, Симонеси Драгољуба Љубиша, Станојевић Андреје Миливоје, Стевановић Благоја Радмила, Стојановић Живојина Виден, Стојковић Ду-

шана Драгомир, Шодић Сретка Драгомир, Тодоровић Глигорја Недељко, Трајковић Милорада Боривоје;

- за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Алексић-Костић Влајка Грана, Анђелковић Душана Јовица, Анђелковић Петра Савка, Драшковић Цветка Љубиша, Ђорђевић Милутина Драган, Христов Стојана Раша, Игњатовић Боривоја Најден, Иванов Ставре Иван, Јанковић Светомира Душан, Јовановић Бошка Милан, Крстић Миливоја Часлав, Купрешанин Дане Милан, Максудовић Раима Јовица, Мишић-Андрејевић Лазара Верича, Митић Симеона Јовица, Митић Владимира Слободан, Митровић Јездимира Јован, Младеновић Живота Властимир, Младеновић Бранка Зоран, Николић Душана Светислав, Пејчић Стоиља Вукосава, Пешић Милорада Јелена, Пласто Адема Един, Радић Војислава Томислав, Сотировић Петра Јован, Страховић Јосипа Иван, Стаменовић-Латинов Димитрија Наташа, Станковић Стојана Бора, Станковић Милана Миливоје, Стојановић Трајка Евстатије, Стојковић Раска Бора, Стојковић Петра Миливоје, Стошић Властимира Мирослав, Тасић Уроша Слободан, Здравковић Војислава Велимир;

Од САР Косово

- за заслуги на полето на јавната дејност со која се придонесува кон општиот напредок на земјата

СО ОРДЕН НА РЕПУБЛИКАТА СО БРОНЗЕН ВЕНЕЦ

Ајети Мустафа Мехмет, Макић Стевана Стојадин;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за социјалистичката изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНИ ЗРАЦИ

Абраши Мустафе Азиз, Агај Шефкија Рефик, Микулови Рамадана Исмаил, Перић Косте Александар, Прекази Сабри Хисен, Вујовић Божо Лазар;

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА СВЕЗДА

Цанај Рустема Хаџиф, Комад Саво Стеван, Љумези Ђон Ник, Мустафа Сулејман Мухамет, Пешић-Живковић Благоја Светлана, Поповић Вука Љубомир, Руди Исмајла Решад, Селим Зумера Рама, Шабани Нури Шани, Шефки Расима Битићи, Васић Васиљка Александар, Врање Сефе Сабри;

- за особени заслуги во создавањето и ширењето на братството и единството меѓу нашите народи и народности

СО ОРДЕН БРАТСТВО И ЕДИНСТВО СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Хоца Шаипа Абдулах;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Балабани Иссуфа Метуш, Qavollı Salı Mustafa, Лукић Марка Радослав, Мухарем Џафер Ремзи, Муса Бајрама Хашим, Муслија Реџепа Селим, Петковић Стојадина Драгомир, Стевановић Цветка Драгољуб,

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Арифи Шабана Шабан, Бојанић Драго Милорад, Буњаку Рустема Фериз, Дурић Кадрија Рифат, Најдари Ајдина Халим, Илић Јована Богољуб, Исмаиљ Азиза Исмаиљ, Јовић-Јововић Саво Милена, Кајкус Сулејмана Камбер, Кулезић Павла Младен, Лођа Хавзи Нуредин, Мехо-

ли Суља Бешир, Миленковић Драгољуба Анкица Милојевић-Костић Боре Јоргованка, Минић Филипа Владимир, Мустафа Меџит Шериф, Недељковић-Јовановић Борисава Вера, Нисић Саве Александар, Пука Хаљиљ Мухамет, Рачевић Милоше Миодраг, Салихи Изет Фетах, Стевић Апостола Станимир, Шахири Рамадана Везире, Салихи Муса Рамадан, Сарановић Крсте Момчило;

- за заслуги во социјалистичката изградба на земјата

СО МЕДАЛ ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД

Ајети Исмајла Шерифе, Аљидемај Шучури Мухамед, Бровина Абедин Авни, Хазири Ман Ман, Исламовић Абида Рамиз, Јовановић Светислава Радун, Краснићи Џемајла Баки;

- за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Дибра Хамди Емин, Ђурђевац Радивоја Радомир, Ивановић Милутина Драгутин, Китановић Владимира Бисерка, Лиќај Исуп Ибрахим, Малићи Сахита Зенељ, Муса Нура Мурат, Пљаколи Мустафа Феҳми, Пожегу-Морачић Војислава Гордана, Прелевић-Парлић Михајла Благоица, Садику Мухарем Абедин, Савић Душана Миљан, Шабан Рамадана Џемаиљ, Вехапи Рушита Даиљ, Влахију-Ајети Даута Фазиља;

Од С А П Војводина

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Седларевић Николе Милош;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Кривић Стипе Иван, Крстановић Гавра Радован, Ристић Николе Владимир, Шашић Радивоја Владимир;

- за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Суша Владимира Радивој, Видић-Јовановић Ђорѓа Нада.

Бр. 91
25 октомври 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с. р.

У К А З

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА КА ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликуваат:

Од СР Словеније

- за заслуги на полето на јавната дејност со која се придонесува за општиот напредок на земјата

СО ОРДЕН НА РЕПУБЛИКАТА СО БРОНЗЕН ВЕНЕЦ

Џвекл Мартина Јанко, Чрне Матевж Маријан, Чрешник Томажа Виктор, Дебевц Јоже Јоже, Деренчин Франца Франц, Доленц Винко др Винценц, Хафнер Алојза

Алојз, Јакша Августа Јоже, Маринц Андреј Иво, Мужевич Антон Марјан, Погачник Албин Мирко, Шемров Иван Франц-Владимир, Трампуж-Авбељ Јожета Иванка, Трчек Цирил Цирил, Учакар-Шуц Алојза Вида, Задобовшек Рудолф Павла, Зорец Иван Чртомир, Жагмеистер Стефан Штефанија;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за социјалистичката изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНИ ЗРАЦИ

Рант Јанеза Франц;

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА СВЕЗДА

Андреа Леополд Борис, Арх Антона Антон, Бајук Јожеф Станислава, Берник Јанеза Јанко, Бевк Антона Франц, Боровиншек-Кметец Франца Магда - Марија, Брглез Јоже Станислав, Бриншек Франца Рудолф, Царевич Пајо Стево, Чарман Адолф Јожица, Чисар-Хорват Јанка Ангела, Демшар Валентин Стане, Дрме Марије Рудолф, Ерјавец Андреј Алберт, Финк-Гром Ловро Вида, Флорјанчич Јанез Иво, Горше-Водичар Франца Мајда, Грегорич Иван Алојз, Груден Франца Франц, Килибарда Спасоја Радован, Кимовец Иван Деметер, Клањшчек Иван Јуљан, Кленовшек Антон Антон, Коларич Франца Франц, Конда Антон Франц, Копина Алојз Марјан, Кравања Андреј Франц, Кужник Алојз Антон, Лесјак-Цесар Иван Ивана, Лешник-Пунгартник Антон Хедвика, Лончарич Франца Франц, Маринчич Игнац Франц, Мари Франца Петер, Неманич Антон Јулиј, Омерзу Михаел Бранко, Петанчич Франц Франц, Пинтар Јанез Цирил, Поглајен Антон Антон, Раздрих Феликса Едвард, Рутар Антон Лудвик, Сламник Иван Иван, Стражишар-Довник Франц Павлина, Шисерник Грегор Иван, Шолар-Погачар Јоахим Маруша, Такс Јожеф Франц, Топлак Јанез Штефан, Тратник Јоже Стане, Трикић Симо Недељко, Туршич Миха Миха, Вауда Штефана Иван, Вижинтин Богомил Свито, Врбњак Винца Лудвик, Зајд Јустина Јанез, Зупан Франц Милан;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Гагић Павел Мирон, Гостић Марко Никола, Јенко Матија Матија, Јереб Петер др Борис, Јурца Франц др Маријан, Кланчич Алојз Бруно, Клаворо Фрањо Васја, Клун Јакоб др Борис, Кобал Емил др Мара, Ковачич Јулиј др Јулиј, Крегел Мирко Драгица, Лесковиц Франц Франц, Лукач Алојз Божидар, Овен Јанез Јанез, Павлич Радо Милош, Плешко Јоже др Франц, Ројс Јуриј Јуриј, Spinelli Антон Антон, Шиклич Петра Мате, Урлеп Франц Бојан, Wagner Јоже Јоже, Зајц Јакоб Јоже, Жличар Матије Франчишек;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Ацић Николе Стево, Агреж-Костањшек Ивана Јожица, Андрејашич Ловренц Јоже, Антолин Алојз Алојз, Арншек Флорјан Иван, Арнуш Андреј Антон, Бабић Ернест Мартина, Бадовинац-Закрајшек Јоже Мелита, Балажич Штефан Антон, Банфи Беле Бела, Барбич Иван Јоже, Бергант Томаж Јоже, Бергант Јакоб Радол, Берложник Мартина Антон, Берложник Карел Карел, Бичанин Милоша Милош, Блатник Амалија Цвето, Брачун-Пездирц Алојз Аница, Брецељ-Пикон Мирка Александра, Бреќало-Шабец Алојз Алојзија, Бродник Игнац Драго, Бурник Владо Нико, Џанки Јуриј др Нина, Целар Јожета Бранко, Цер Матија Франц, Чад-Боршич Алојз Марија, Чарман Антон Јанез, Чех Симона Франц, Чернелч Винко Јоже, Чоп Матевж Матевж, Чрнелич Мартина Винко, Чрв-Клеменчич Карел Миленка, Деканич-Штајнер Антон Вида, Делакорда Антон Антон, Дерганц Казимир др Метка, Драгичевич Радо Милован, Дрновшек Јоже Јоже, Ђукић Ранко Недељко, Фабрицио Евген Радислав, Фиршт Јожеф

Франц, Гомбоц Јанез Август, Горански Павла Леонид, Горенц Франц Франчишек, Говекар Јоже Јоже, Гросман Владо Владимир, Хаслер Јакоб Бранко, Хаупт Иван Божидар, Хорват-Јагер Антон Филипина, Иковиц-Јевшишек Франц Марија, Инголич Антон Борот, Ивартник Антона Август, Јагодник Јожета Франц, Јамшек Марија Роберт, Јан-Врабич Франц Милена, Јан Иван Петер, Јанша Јакоб Јанез, Јапелч Ивана Иван, Јецел Франца Петер, Јемец Алојз Алојз, Јерак Јожеф Франц, Јереб Иване Антон, Јеремич Миладина Стеван, Јершич Мујаел Силвестер, Кац Мартина Франц, Kaiser Franc Adolf, Калар Валентин Јоже, Кавчич Рудолф Олга Ангела, Kobal-Nussdorfer Henrik Katarina, Кобал Валентин Петер, Коговшек Иван Станислав, Корман Јанез Иван, Комурка Рудолф Рудолф, Копрившек Мартин Иван, Кос Станислав Бојан, Кошир-Рогољ Иванка Марија, Котник Алојза Алојз, Котник-Фијавж Јоже Олга, Ковач Андреја Андреј, Ковач Албин Владимир, Крајнц Франца Франц, Крамбергер Конрад Мирко, Кранер Фердинанд Фердинанд, Крижај Иван Цветка, Кржишник Ивана Алојз, Кумар-Месец Јосип Каролина, Кумер Јанез Иво, Кунеј-Копач Јанез Розалија, Кушар-Маринко Албин Франца, Лампрехт Цирил Станислав, Лебе Јошко Јоже, Ленко Антон Франц, Лесник Иван Јоже, Лочничар Јоже Јоже, Лончарич-Селшек Иван Емилија, Лукавеч-Пунгартник Алојз Бреда, Лукнер Рудолф Рудолф, Махорич Алојз Мирко, Маковецки Николаја Карел, Малеш Франц Франц, Марјанович Мирко Радован, Матек Франц Франц, Маткович Јанез Антонија, Марник Матија Роман, Месарич Алек Андрија, Микуљан-Фурман Алојз Мартина, Минич Давид Урош, Млакар Станко Станко, Млинар Јанез Јанез, Можина Антон Јанез, Мровље-Јурич Среќа Славича, Мујкановић Ибро Асим, Муршец Марјета Франц, Мушич Матија Јанез, Новак-Штерк Франц Даница, Новак-Медош Антон Кристина, Новак Станислав Освин, Облак Августа Август, Ошвирк Леополд Иван, Огради Рафаел Фердо, Ојстершек Франц Вили, Павчич Павел Борис, Павлич-Валентинчич Иван Марија, Пеган Владислав др Владислав, Петротнич Драго Драго, Пилпахер-Колончич Марија Мартина, Пинтар Мартина Јанез, Пирц Франц Франц, Почеха Јанез Јанез, Подлесник Алберт Мартин, Подпечан-Шкофлек Јожеф Ладислава, Погачар Франц Фаника, Пољаншек Милан Слободан, Потеко Ернест Јоже, Поточар Антон Јоже, Поточки Иван Александер, Прапротник Јанеза Станко, Предан Иван Франц, Прегл Мирко Векослав, Pšeničny Vasilj Anton, Пургар Валент Иван, Радушић Остоја Драгутин, Раутар Ивана Среќко, Репинц Терезија Франц, Репше Станко др Стане, Рибич Франца Франц, Робник Јакоб Франц, Рибникар Јанез Здравко, Рој Јожеф Штефан, Ротар-Месец Иван Марија, Розман Јанеза Марјан, Саје-Говедник Антон Станка, Селиншек Мирко Јанко, Сенјур Франц Антонија, Сикошек Франца Антон, Симонич Рудолфа Рудолф, Ситар Јожета Јоже, Слана Јакоб Иван, Смолеј Ловра Јанко, Старц Мартин Мимица, Ширца Франц Антон, Шкерлак-Мајсторович Коста Јелка, Шкерљ Јакоб Франц, Штамцар Ивана Драган, Штебеј Цирил Миха, Штингл Конрад Јоже, Штирн Алојза Јоже, Шторман Антона Јакоб, Шуштарич-Грегорић Франц Хелена, Темент Јанеза Мартин, Томшич - Осредкар Валентин Антонија, Томшич Јанез Зоран, Торкар Иван Андреј, Торнич-Жнидаршич Франц Вика, Туричник-Мајцен Антон Херта, Турк Антон Антон, Усеник Иван Иван, Уравич Антона Антон, Веденик Антона Карел, Верглес Ернеста Петер, Vidovich-Tomić Ivan Nadija, Вончина Алојз Виктор, Зајц Мартин Павел, Зајец Игнаца Игнац, Заплотник-Кеслер Милан Катарина, Завадлав Емил Емил, Заволовшек Јожета Јожеф, Зекић Обрена Драгољуб, Земљич Франц Максимљан, Земљич Јанез Мирослав, Zendzianowski-Podgoršek Henrik Leopoldina, Зигмунд-Савник Алфонз Гертруда, Зорко Антон Антон, Зрмеч-Жгајнер Јоже Бернардка, Зрмеч Рудолф Јанез, Зупанц-Штрасбергер Јанез Ружа, Зупанич Франца Франц, Живиц Франца Цирил, Жмитек Ловренц Франц, Жункович Јоже Јоже, Журга Иван Јулијана;

- за заслуги во развивањето и реализирањето на концепцијата на општонародната одбрана и за успеси во подигањето на воено-стручното знаење и борбената готовност на нашите граѓани

СО ОРДЕН ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ СО СРЕБРЕНИ МЕЧЕВИ

Павлинец Марка Иван;

- за заслуги во социјалистичката изградба на земјата

СО МЕДАЛ ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД

Балиш-Жагар Звонимир Вида, Балох-Шупергер Јоже Маринка, Брешчак Иван Данило, Церар Михаела Марјан, Цоцеј Албина Албин, Чибеј Јожета Јоже, Чолић Ахмед Чазим, Чонтала Франц Франц, Чулум Васкрсије Владо, Довер Мартин Јоже, Овен Франц Војко, Фабрицио-Млекуж Павел Франчишка, Фидлер Франц Станислав, Франкович Роберт Милан, Гержина Алојз Јоже, Гобер-Квас Франц Терезија, Говекар Франц Иван, Гргурич Никола Младен, Гриљ-Баланц Јоже Марија, Хочевар Ивана Марјан, Јанежич Карел Милена, Јеленко-Трбовц Јоже Марјана, Јемец Франц Матјаж, Јерај Франца Франчишек, Јерина Франц Весна, Јежовник Среќко Душан, Крашовец-Шилц Франц Терезија, Крнц Франц Матија, Кумар-Гербец Јоже Нада, Куралт Алојза Алојз, Ламовшек Франц Франц, Лазник Станислав Стане, Лештан-Млекуж Матије Ана, Мајцен Корнелиј Драго, Маковец Франц Милан, Мартинчев Рудија Вилим, Михаљ-Славец Ива Марија, Мусић Мех Хусо, Новак Јожета Петер, Облак-Жигмонд Јожефе Макс, Оцек Франчишка Марија, Ојстершек Јоже Венцеслав, Подкрижник Јоже Ана, Подвршек Јожефа Дарко, Пори Франц Емил, Премров Мирослав Милена, Прокшел Мирка Никола, Прунгл Франца Антон, Пушцер-Келени Јанез Олга, Седоња-Освалд Стане Барбара, Север Фридрих Јосип, Слапшак-Груден Милорад Андреја, Слодњак Мартина Јоже, Сној-Мервич Јожефа Вилма, Шинигој-Панчур Антона Габријела, Шкет Отон Векослав, Шпорар Антон Алојз, Штембергер Франца Емил, Штиглич Јанез Јанез, Штуковик-Липник Адолф Марија, Темлин-Чимжар Алојзиј Алојзија, Темлин Франц Матија, Томч Иван Иво, Учакар Гвидо Борот, Веденик Антона Миран, Веселич Алојза Иван, Врбанчич-Клеменчић Франц Славица, Зупан Петра Јакоб, Жигарт Конрад Максимиљан, Чугич Милан Павле;

- за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Андрич Сима Никола, Авсец Јоже Јожефа, Борко Антон Франц, Брундула-Гореншек Иван Зофија, Цотар Франца Франц, Чернец-Крчек Франц Зофија, Чешновар-Цог Јанез Олга, Дебељак Цирил Франц, Ђурђевич Мико Атилио, Емећи-Зелковић Милутина Драгица, Фежер-Хорват Штефана Марија, Флежар-Интихар Антон Вида, Фошнарнич Франц Франц, Горичар Леополд Силвестра, Гробелник-Сузински Роман Ерна, Хоцић Хаце Латиф, Хозјан-Брдовник Луција Јљудмила, Искра Стјепана Иван, Јелен-Древ Бернард Зофија, Јереб Јанез Антон, Јусич Омер Латиф, Карлин Јанез Франц, Карничник Петер Франц, Кастелич-Глиха Јоже Бронислава, Каш Ивана Едо, Кодила Јоже Вера, Ковачич-Кавц Блаж Маргарета, Крајник-Јанжекович Франца Нежка, Крамар-Трухачев Алексеј Марија, Крижанич Франца Јожеф, Кузма Матија Штефан, Лажевец Јакоб Јоже, Линдав Матевж Јанез, Лојо Хамид Енес, Лончар Рок Мартин, Лобрек Франца Франц, Маур-Задравец Иван Јелена, Маглич Иван Јоже, Мавсар-Рачки Иван Иванка, Немец-Купљен Јожефа Душица, Отић Алојзија Михаел, Перко-Срхој Катица Милена, Погачар Јанез Франц, Полх Франц Јоже, Приможич-Пајнич Јоже Татјана, Просен Јоже Јоже, Ракун Ивана Иван, Разборник Штефан Антон, Рожманец Јоже Хелена, Сејдић Ариф Ферид, Скандали Звонимир Игор, Шинк Франц Станислав, Ширцел Цецилија Мартин, Шкуљ-Жарн Винко Марија, Шорли Ангела Златко, Штрекељ Франц Бранко, Тхалер-Рихтаршич Франца Вида, Винцетич-Кретич Мирослава Златко, Вивоца-Кладник Виктор Марија, Вречић Алојз Михаел, Вујасин-Обштетар Антон Михаела, Здовц Антон Антона, Зофич-Фабиан Франц Славка, Жункович Јожета Јанез;

- за заслуги и постигнати успеси во работата на општонародната одбрана

СО МЕДАЛ ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ

Лесковшек, Артурја Марко, Возељ Карла Карел.

Бр. 93
4 ноември 1985 година
БелградПретседател
на Претседателството
на СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с. р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликува :

– за заслуги во развивањето на просветната соработка и пријателските односи меѓу Социјалистичка Федеративна Република Југославија и Источна Република Уругвај

СО ОРДЕН НА ЈУГОСЛОВЕНСКО ЗНАМЕ СО ЗЛАТНА
СВЕЗДА НА ГЕРДАН

Gladis-Zulma Pena de Lagorio.

Бр. 94
30 октомври 1985 година
БелградПретседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с.р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликуваат :

– за заслуги стекнати во ослободителната борба на народите и народностите на Југославија и за придонес во развивањето на пријателските односи меѓу Социјалистичка Федеративна Република Југославија и Република Австрија

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА
СВЕЗДА

Osvald Sokop Jakob Tonka;

– за заслуги и успеси постигнати во работата од значења за изградбата на нашата земја и за придонес во развивањето на пријателските односи меѓу Социјалистичка Федеративна Република Југославија и Република Австрија

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Haslinger Ivan.

Бр. 95
30 октомври 1985 година
БелградПретседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с.р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликува :

– за заслуги стекнати во ослободителната борба на народите и народностите на Југославија и за придонес во развивањето на пријателските односи меѓу Социјалистичка Федеративна Република Југославија и Социјалистичка Република Чехословачка.

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА
СВЕЗДА

Medek dr Mú Bohumir.

Бр. 96
30 октомври 1985 година
БелградПретседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с.р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликуваат :

– за покажана лична храброст во борбата против заедничкиот непријател и за придонес во ослободувањето на Југославија

СО ОРДЕН ЗА ХРАБРОСТ

Борс Феофановић Полумин, Генедиј Александровић Фаворски;

– за особени заслуги стекнати во ослободителната борба на народите и народностите на Југославија и за придонес во заедничката победа над фашистичкиот непријател

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА
СВЕЗДА

Степан Семјоновић Шаповалов;

СО ОРДЕН БРАТСТВО И ЕДИНСТВО СО СРЕБРЕН
ВЕНЕЦ

Борис Феофановић Полунин, Генедиј Александровић Фаворски.

Бр. 97
30 октомври 1985 година
БелградПретседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с.р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликува:

- за заслуги во преведувањето и афирмацијата на југословенската литература и за придонес во унапредувањето на културната и пријателската соработка меѓу Социјалистичка Федеративна Република Југославија и Германската Демократска Република

СО ОРДЕН НА ЈУГОСЛОВЕНСКОТО ЗНАМЕ СО
ЗЛАТНА СВЕЗДА НА ГЕРДАН

др. Manfred Jaenichen професор на Хумболт универзитет во Берлин.

Бр. 98
30 октомври 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с.р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликува:

- за особени заслуги во развивањето и унапредувањето на соработката во областа на медицинските науки и значаен придонес во негувањето на пријателските односи меѓу Социјалистичка Федеративна Република Југославија и Австралија

СО ОРДЕН НА ЈУГОСЛОВЕНСКОТО ЗНАМЕ СО
ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Проф. Kossoff George, директор на Институтот за ултра звук при Министерството за здравје на Австралија.

Бр. 99
30 октомври 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с.р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликува:

- за особени заслуги во развивањето и зацврстувањето на мирољубивата соработка и пријателските односи меѓу Социјалистичка Федеративна Република Југославија и Кралството Белгија

СО ОРДЕН НА ЈУГОСЛОВЕНСКОТО ЗНАМЕ СО
ЛЕНТА

Andre Rahir, извонреден и ополномоштен амбасадор на Кралството Белгија во Социјалистичка Федеративна Република Југославија.

Бр. 100
30 октомври 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с.р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликуваат:

Од СР Србија

- за заслуги на полето на јавната дејност со која се придонесува за општиот напредок на земјата

СО ОРДЕН НА РЕПУБЛИКАТА СО БРОНЗЕН ВЕНЕЦ

Бојовиќ Станка Милан, Цагиќ Радмила Предраг, Добрић Тоше Славко, Дошеновиќ-Ивезиќ Илије Пава, Целатовиќ Милана Адам, Филиповиќ Сретена Драгутин, Хавличек Ѓирила Душан, Илиќ Ђорѓа Владимир, Јаклиќ Матије Звонимир, Јефтиќ Душана Богдан, Јогриќ Илије Чедомир, Јовановиќ-Перчиќ Јекова Сава, Јовановиќ Ђорѓа Танкосава, Ковачевиќ Шпиро Илија, Кривокапиќ Ристе Божена, Мали-Хак Јосипа Марица, Марев Новака Стево, Марковиќ Митра Крста, Мартиновиќ Вукале Радован, Матиќ Крсте Обрад, Миќиќ Милоја Вићентије, Милошевиќ Милисава Милун, Мирниќ Милана Илије, Момчиловиќ Илије Милан, Ненадовиќ Јована Радоња, Антонијевиќ-Никодијевиќ Миленка Станица, Николиќ-Андрејиќ Светислава Загорка, Перовиќ Мило Богдан, Правича Лазара Тодор, Раконца Јосипа Јосип, Ристиќ Величка Јован, Станиќ Нике Јозо, Стојиљковиќ Стојадина Добривоје, Шушиќ Митра Војислав, Трајковиќ-Темељковиќ Велимира Љубица, Трмчиќ Љубомира Милутин, Вујовиќ Марка Вукашин;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за социјалистичка изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНИ
ЗРАЦИ

Андријевиќ Ненада Славко, Анђелиќ Благоја Младен, Попадиќ-Мариќ Љубиша Радмила, Стаменовиќ Божидара Властимир, Вујиќ Јанка Бранко;

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА
СВЕЗДА

Антанасовиќ Јована Добривоје, Богичевиќ Бошка Милић, Ђориќ Бошка Јово, Ѓолиќ Тихомира Милорад, Дамјановиќ Љубомира Сава, Делалиќ Суле Шабанија, Диниќ Душана Љубомир, Дулановиќ Ивка Милан, Ѓокиќ Драгутина Живко, Ђорђевиќ Ђорђе Наум, Ђорђевиќ Ѓире Предраг, Ђуровиќ Митра Велимир, Филиповиќ-Ђорђевиќ Илије Злата, Франовиќ-Голубовиќ Душана Евица, Гавриќ Николе Бранко, Гавриловиќ Војислава Смиљка, Глигориќ Јована Миодрог, Грујиќ Селинке Мирко, Гуцу Андрије Грандафир, Илиќ Данила Александар, Ивановиќ Драгомира Радисав, Јаковљевиќ-Орландиќ Мише Велика, Јасен Зимовија Душан, Јовановиќ Петра Душан, Јуретиќ-Игел

Јордана Тонка, Јурић-Вујовић Миленка Драга, Кнежевић-Лакић Мије Даница, Крстић Новице Јаков, Лазаревић Животе Милан, Лекић Аксентија Јордан, Маринковић Владимир Милорад, Марковић-Николић Драгољуба Олга, Милијановић Љубовија Томислав, Мирковић Светислава Бранислав, Мирковић Ивана Мирослав, Мишић Љубомира Бранислав, Митић Живојина Ненад, Митровић Алексе Ранко, Пајић Живојина Живојин, Палачковић Милоша Борислав, Пантић Андрије Живорад, Павловић Милоша Милан, Поповић Мите Лазар, Предић Јанка Богдан, Радевић Милоша Никола, Расулић Радосава Првослав, Ресавец Богомира Душан, Ристановић-Маринковић Драгослава Надежда, Ристић Милентија Милан, Савић Богољуба Радојица, Смиљанић Милоша Радојица, Станковић Петра Драгомир, Станковић-Живковић Љубомира Мирјана, Стевановић Душана Чедомир, Стевановић Вељка Милорад, Стошић Михаила Живорад, Суџук Јована Радован, Тадић Милована Видоје, Тасев Милана Петар, Урошевић Светислава Миодраг, Улемек-Бекић Петра Милка, Водоплав Матије Жарко, Вукос-Петровић Грујо Татјана, Жарковић Светозара Љубомир, Живковић Милије Живко;

– за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Бајић Стевана, Баралић Гвоздена Живорад, Бербатовић Стојана Предраг-Драган, Бранковић Ивана Светомир, Булатовић-Батало Милана Мирјана, Ценић Стојана Градимир, Цветановић Љубана Драган, Димитријевић Благоја Живојин, Цинић Симе Љубомир, Ђурковић Драгомира Бранко, Грујичић Адама Милорад, Крајовић Живка Душан, Костов Динка Душан, Лазаревић Михаило Живомир, Лисинац Милуна Добривоје, Мандић Добривоја Милорад, Мандић Данила Љубиша, Манић Благоја Милош, Марјановић Живојина Милојко, Марковић Стојадина Душан, Марсенић Ново Данило, Медиговић Мила Јован, Миленковић Владислава Бранислав, Митић Милутина Драгољуб, Митић Драгута Драгослав, Митровић Младена Иван, Младеновић Милоша Риста, Мовсесијан Језнига др Миодраг, Перовић Вукмана Новица, Петани-Пилковић Драгута Драга, Петровић Василија Анђелко, Плавшић Пера Јела, Почуча Јована Милош, Радовић Милана Ранко, Ранчић Матеје Србислав, Симић Чедомира др Стеван, Симоновић Стојна Властимир, Станковић Јована Јордан, Станојевић Никодија Радисав, Стојановић Александар Милорад, Стојичић Драгута Светозар, Стојнић Николе Милорад, Стојановић Миливоја Војислав, Шкријељ Емин Метко, Трајковић Душана Благоје, Вујановић-Враголић Борисава Златија, Вулић Миодрага Радиша;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Алемпијевић Радојица Радосав, Алфиревић Милоша Сава, Алимпић-Кнегинић Илије Роса, Алиоски Муртезана Тасим, Антић Велимира Миливоје, Арсенић Љубомира Живорад, Бакаловић Живана Томислав, Бекрић Станислава Драгољуб, Благојевић Костадина Сретен, Богосављевић Павла Славко, Бохаревевић Јована Никола, Бонџулић Радована Будимир, Бошковић Станислава Душанка, Божић Станка Ђураџ, Брајовић Милете Олга, Бранковић Мане Милош, Цветановић Величка Јаков, Ѓирић Милорада Љубомир, Даутовић Миле Мирко, Делибашић Антонија Милица, Делибашић Милутина Радосав, Димец Владимира Драган, Динић-Стојановић Ђорѓа Ратомирка, Добрашиновић Љубомира Драгомир, Драгић Тодора Самојко, Драгушиновић Андреја Димитрије, Дукић Витомира Александар, Ђаловић Драгољуба Миломир, Ђенић Рајка Љубиша, Џодић Драгута Видосав, Ђорђевић Стеван Радивоје, Ђорђевић Милорада Станко, Ђурић Јована Милана, Факић Љајо Спахо, Филиповић Владимира Богомир, Гаши Хасана Рамиз, Гавриловић-Туркаљ Мијата Ана, Глишић Примислава Радојко, Гуџулов Данила Драган, Грујичић Адама Ненад, Грујић Милана Мирољуб, Илић Николе Бранислав, Илић-Николић Сретена Невенка, Инђић-Маодуш Јове Милка, Ивановић Божидара Драгослав, Ивановић Вељка Љубомир, Ивановић Драгана Слободан, Ивковић Андреје Љубодраг, Јаков Алоја Алоја, Јаковље-

вић Светолика Миломир, Јанковић Милутина Душан, Јањић Трипка Душан, Јевтић Живка Драгољуб, Јоковић Славка Велитар, Јовановић Тихомира Миломир, Јовановић-Ђорђевић Станојла, Јовић Димитрија Божидар, Јовић Благоја Бранислав, Калабић Драгомира Чедомир, Кандић-Миладиновић Милана Зорица, Катић-Ђокић Милана Борка, Коџић Симе Тројан, Којић Влајка Живко, Кокотовић-Стефановић Ђорѓа Божана, Ковачевић Михајла Радован, Крањчевић-Карадиновић Милутина Љубинка, Кривошија Стеве Милан, Крстић Илије Петар, Крунић Војка Боривоје, Лазаревић-Животић Милорада Милица, Лазаревић Живојина Милорад, Ленђеловић Миахила Илија, Левајац Драгослава Луне, Лисинац Милосава Арсеније, Лукић Душана Томислав, Лукић Светислава Томислав, Љубеновић Захарија Десимир, Макевић Драгољуба Симеун, Манделец Милана Владимир, Мандић Ђуре Јован, Маринковић Стојана Радомир, Маринковић Бранка Славолуб, Марковић Миливоја Драгомир, Марковић Обрада Марко, Марковић Ранка Жарко, Марковић Илије Живојин, Мезга-Обрадиновић Вујице Емилија, Милановић Војислава Слободан, Милетић Стојана Ивко, Миливојевић Живорада Павле, Милинковић Милована Радивоје, Милосављевић Сретена Милорад, Милошевић Илије Љубисав, Миловановић Пауна Драган, Миловановић Милентије Драгић, Милковић Љубомира Добривоје, Мишић Милана Сава, Митић Витомира Милија, Најдаковић Јевте Радисав, Недељковић Недељка Радивоје, Ненић Петра Бора, Нинковић Тривуна Драгица, Новаковић Симе Драгутин, Олић-Проле Станка Мира, Палигорић Николе Јања, Пантовић Симијона Радован, Пантовић Дмитра Светислава, Пауновић Драгута Живодрог, Павићевић-Павловић Божидара Дарослава, Павловић Радивоја Миодраг, Павловић Миливоја Радомир, Петковић Станоја Љубомир, Петровић Николе Живко, Петровић-Стефановић Светозара Марија, Петровић Жарка Милић, Плеша Стипе Иван, Поповић Божидар Драгољуб, Поповић Сотира Миодраг, Поповић Душана Павле, Поповић Младена Зоран, Попогоровић Момчила Светозар, Прокић Живомира Ратко, Радоичић Божидара Александар, Радосављевић Милутина Александар, Радосављевић-Ђуровић Радослава Вера, Радовановић Богосава Радослав, Радовић-Радосављевић Мирослава Мирјана, Радовић Благоја Живота, Ракић Првослава Милован, Ристић Глигорија Драган, Ристић Лазара Сава, Сарић Душана Драгиша, Савић Владимира Миодраг, Синђелић Добросава Драгутин, Смиљковић Чедомира Драгољуб, Спасојевић Милке Божидар, Спасојевић Војислава др Душан, Стакић Николе Живко, Стаменковић Милоја Томислав, Станисављевић Чедомира Петар, Станковић Војислава Станко, Станојевић Радомира Љубиша, Станојевић Владимира Љубомир, Стефановић Милутина Љубиша, Стефановић Божидара Милан, Степић Драгише Милутин, Стевић Драгољуба Иван, Стојановић-Марјановић Миљка Милосава, Стошић Данила Јордан, Шљапић-Кривошија Саве Мара, Штимац Јакова Иван, Тадић Вујадина Илија, Тадић Лазара Павле, Тадић Љубиша Милош, Тодоровић Чедомира Ђорђе, Топаловић Ђорѓа Данило, Трајиловић Илије Јован, Трифуновић Трифуна Светолик, Трокановић Станоја Илија, Трудић Чедомира Радмила, Урошевић Велимира Бранко, Василос Бориса Васил, Венковић Петра Бошко, Веселић Драгоља Драгутин, Влајковић Живорада Томислав, Војновић Стевана Недељко, Вукмировић Љубомира Милош Вуковић-Којчић Живка Цвета, Вуловић Властимира Милић, Зельковић Душана Јевто, Живановић Живорада Добросав, Живковић Јанка Миливоје;

– за заслуги во развивањето и реализирањето на концепцијата на општонародната одбрана и за успеси во подигањето на воено-стручното знаење и борбената готовност на нашите граѓани

СО ОРДЕН ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ СО СРЕБРЕНИ МЕЧЕВИ

Дугић Живомира Драгољуб, Милићевић Андреје Светозар, Стојковић Живорада Миодраг, Тошић Стевана Танасије, Жакић Петра Петар;

– за заслуги во социјалистичката изградба на земјата.

СО МЕДАЛ ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД

Бељић Стојадина Маринко, Богдановић Витомира Градимир, Болдејић Драгутина Петар, Џајић Павла Владимир, Дамјановић-Шушњар Тривуна Деса, Гиџић Топдора Војислав, Ивановић-Гак Душана Бранислава, Јаковљевић Драгиша Љубиша, Јовановић Томе Божана, Кекић-Анђић Тодора Јованка, Колаковић Драгише Живојин, Лучић Зоре Видомир, Марић Радослава Ранко, Мијајловић Владимира Мирко, Милошевић Видоја Исидор, Мијовић Ахмета Муса, Радуловић Ђорѓа Божидар, Станковић Ване Бојана, Станковић Милана Звонко, Станојевић Милорада Драгиша, Стојанов Генадја Никола, Трумић-Вучић Николе Здравка, Живановић Милутина Милица;

– за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Александровић Драгослава Раденко, Богдановић Левец Лудвига Марија, Црногорац Марка Милош, Двоштански Здравка Стојадин, Џопалић-Живановић Павла Босиљка, Гладовић-Павловић Живка Милка, Ивковић Миладина Љубиша, Јовановић-Живановић Тихомира Бојана, Лејић Живомира Слободан, Мајић Ранка Милорад, Марковић Крсте Добровоје, Марковић-Јанковић Велимира Милка, Миленковић Станка Новица, Милетић Радована Драган, Милетић Драгутина Матеја, Милетић-Милосављевић Милована Олга, Милошевић Милоша Слободан, Митић Јосифа Владимир, Новаковић-Владетић Ђуре Марија, Новић Властимира Митар, Остојић Светолика Обрад, Радојковић Милосава Слободан, Раимовић Барјама Саит, Савић-Милосављевић Миодрага Ранче, Симић Драгољуба Смилка, Соскић Радојка Милан, Стокић Светолика Предраг, Сулејмани Тефика Садик, Шабановић Ибрахима Мехмед, Томић-Нешић Обрада Гордана, Вејдић Радоја Владета, Вујичић Радомира Милован, Вујовић-Лаштро Анто Финка, Живановић Петра Ратибор;

– за заслуги и постигнати успеси во работата на општонародната одбрана

СО МЕДАЛ ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ

Александровић Војислава Милован, Денић Доброслава Стојан, Ђурић Радмила Миомир, Јермеић Миланка Радован, Маринковић Драгомира Првослав, Новаковић Милосава Радољуб, Радивојевић Живојина Драгослав, Симић Тихомира Живовир, Станковић Божидара Ненад.

Бр. 101
8 ноември 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с. р.

У К А З

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликуваат:

Од СР Хрватска

– за особени заслуги на полето на јавната дејност со која с епридонесува за општиот напредок на земјата

СО ОРДЕН НА РЕПУБЛИКАТА СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Павић Томо др Андрија;

СО ОРДЕН НА РЕПУБЛИКАТА СО БРОНЗЕН ВЕНЕЦ

Бритвић Анте Јосип, Коларић Ивана Милан, Мишћин Фабијан Андрија, Перишин Никола Анте;

– за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за социјалистичката изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНИ ЗРАЦИ

Вучемиловић Анте Мирослав;

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА СВЕЗДА

Башић Мартина Младен, Јуретић Андро Рафаел, Шалов Љубе Јерко, Шкаро Михајла Јовица, Влаховић Иво Горка;

– за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значења за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Косовел Марк Звонимир, Лончарић Шиме Бруно, Мисирача Мирко Душан, Пашић Узедин Рифат, Рајић Ивана Здравко, Шлогар Јосипа Ђуро;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Анђелић Тудора Фране, Арас-Петко Јована Неђељка Бахтијаревић Ђерима Исмет, Балија Стјепана Фрањо, Бочина Јуре Анте, Бучевић Јуре Јаков, Бурић Мате Миро, Чулић-Чикара Луке Љубица, Делаш Петра Миљенко, Драганић-Марић Николе Станислава, Фучкар Павла Павао, Габриел Фердинанда Леополд, Хрибар-Чапета Карла Марија, Јукић-Мрђен Илије Драгица, Катић Јакова Петар, Киревски-Мекић Шабана Шевала, Крушлин Паула Звонимир, Лексур-Баковић Јозо Марија, Летица Ивана Анте, Лукановић Славка Бруно, Маршић Јосипа Јосип, Медић Лазара Вранко, Мунитић Анте Анте, Паић-Џаја Ивана Божена, Пећина-Хрчевић Ивана Анчица, Плетикоса Анте Миранда, Рандулић Миле Милан, славо Јосипа Адам, Стрчић Антуна Петар, Строссер Ивана Рудолф, Шаин Петра Иван, Шурић Миљенка Анте, Вишић Јакова Даница, Захарија-Ђурђевац Филипа Миљенка, Живковић Николе Петар;

– за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Андријашевић Јосипа Никола, Бакотић Анте Давор, Башић Стјепана Весна, Брачко-Никојевић Јосипа Вера, Бреко-Гласиновић Антуна Мандица, Буздум-Батовања Марка Вера, Цецић-Гвозденовић Милка Томислава, Дидић-Поткоњак Јове Бранка, Дорић-Денић Николе Зора, Филипин-Бајић Мартина Марија, Фирић-Ерцеговић Ивана Имелда, Хорватек Стјепана Иван, Јерковић-Грбеша Мијо Јозица, Коџоман-Топић Ивана Љубица, Мадунић-Павић Марјана Ана, Малеш Анте Ана, Омашић Ивана Анка, Павић Ивана Јосип, Радић Анте Нивеска, Радошевић Марка Божо, Ружић-Бего Јосипа Ксенија, Салопек Павле Иван, Шегвић-Мрдуљаш Раде Гордана, Шимег Јосипа Томо, Ујевић-Делић Франа Анђелка, Влајчевић-Катић Ивица Нађа, Злачки Мије Јосип;

Од СР Србија

– за заслуги на полето на јавната дејност со која се придонесува за општиот напредок на земјата

СО ОРДЕН НА РЕПУБЛИКАТА СО БРОНЗЕН ВЕНЕЦ

Бањац Гојка Дмитар, Гачановић Милоја Славко, Петковић Александра Чедомир, Сретеновић Костадина Радослав;

- за заслуги и постигнати успеси во работата значење за социјалистичката изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА СВЕЗДА

Ерић Милете Милош, Манчић Бошка Станимир, Марић Ђорѓа Јелена, Митић Уроша Чедомир, Нешовић Марка Милојко, Обрадовић Радомира Никола, Старчевић Лазара Милисав;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значења за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Јовановић Жарка Зоран, Маринковић Радована Видосав, Маринковић Драгише Мирослав, Пујић Будимира Миодраг;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Антонијевић Јована Зоран, Аралица Николе Анка, Ђировић Милоја Драгутин, Ђурић Живојина Милан, Гачић Радише Драган, Гачић Велизара Пантелија, Гајић Бранка Тихомир, Илић Крстомир Бранислав, Исаиловић Саве Стојан, Јаковљевић Станоја Душан, Јочовић Милоша Бранко, Јовановић Јосифа Часлав, Јовановић Хранислава Живота Каравезић Вујадина Среќко, Колашинац Миодрага Филип, Мијатовић Драгољуба Михаило, Миливојевић Милана Миливоје, Милошевић Дмитра Милорад, Милошевић Анатасије Сениша, Милошевић Десимира Слободан, Митић Раињела Душан, Нешковић Драгише Јован, Обрадовић Вукосава Живојин, Перишић Радомира Обрад, Петковић Миљка Драгомир, Петровић Бранислава Часлав, Петровић Михаила Никола, Петровић-Антић Петра Радмила, Поповић Бранислава Томислав, Ракић Радоша Ђорђе, Савић Радисава Андрија, Савић Саве Михаило, Станковић Љубувоја Милутин, Старчевић Бошка Никола, Стефановић Живка Саво, Стојковић Миленка Душан, Шаиновић-Даничић Војимира Вера, Тајсић Богдана Стеван, Тесла Јована Душан, Тошић Исидора Миливоје, Урошевић Владимира Бранислав, Баш-Киш Стевана Розалија, Жикић Живојина Југослав;

- за заслуги во развивањето и реализирањето на концепцијата на општонародната одбрана и за успеси во подигањето на воено-стручното знаење и борбената готовност на нашите граѓани

СО ОРДЕН ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ СО СРЕБРЕНИ МЕЧЕВИ

Јеремић Јанка Драгослав;

- за заслуги во социјалистичката изградба на земјата

СО МЕДАЛ ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД

Анѓелковић Момира Миодраг, Ђорђевић Уроша Милета, Илић Пантелије Слободан, Јаковљевић Новака Раде, Луковић Радисава Вукоје, Спајић Милорада Слободан,

- за залагање и постигнати успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Чогурић Саве Милисав, Дејановски Александар Љубиша, Ђико Марка Марија, Ђурић Милана Србољуб, Јовановић Момчила Радослав, Митић Чедомира Небојша, Пантић Божидар Петар, Рељић Владана Милош, Ристић Илије Миодраг, Војводић Ђуре Миодраг;

- за заслуги и постигнати успеси во работата на општонародната одбрана

СО МЕДАЛ ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ

Касаповић Радича Љубиша, Марковић Раденка Милан, Масаловић Обрада Светомир, Миливојевић Раденка Радован, Нешковић Радисава Рајко, Петрић Марка Ђорђе,

Симовић Миодрага Бранимир, Солујић Радмила Милорад, Тодоровић Предрага Мирослав;

Бр. 102
12 ноември 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с. р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА ЈУГОСЛАВИЈА РЕПУБЛИКА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликува :

Од САП Војводина

- по повод дваесет и петгодишнината од постоењето а за особени заслуги и успеси постигнати во образованието на стручниот и научниот кадар од областа на техничките науки, со што е значително придонесено за стопански-онт развој на земјата.

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНИ ЗРАЦИ

Факултет техничких наука - Нови Сад;

- по повод дваесет и петгодишнината од постоењето а за особени заслуги и успеси постигнати во образованието на стручниот и научниот кадар, како и за значаен придонес во развојот и унапредувањето на медицинските науки

Медицински факултет - Нови Сад.

Бр. 103
7 ноември 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с. р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВОТО НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА ЈУГОСЛАВИЈА

врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликува :

- по повод четириесетгодишнината од основањето и работата а за особени заслуги и постигнати резултати во изградбата и јакнењето на во оружените сили на Социјалистичка Федеративна Република Југославија

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Ваздухопловно-медицински институт РВ и ПВО.

Бр. 104
13 ноември 1985 година
Белград

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковиќ, с. р.

УКАЗ

ПРЕТСЕДАТЕЛСТВО
НА СОЦИЈАЛИСТИЧКА ФЕДЕРАТИВНА РЕПУБЛИКА
ЈУГОСЛАВИЈА

- врз основа на член 315 точка 8 од Уставот на Социјалистичка Федеративна Република Југославија одлучува да се

одликуваат:

Од СР Хрватска

- за заслуги на полето на јавната дејност со која се придонесува кон општиот напредок на земјата.

СО ОРДЕН НА РЕПУБЛИКАТА СО БРОНЗЕН ВЕНЕЦ

Антуновић Ивана Бариша, Бабајко Анђела Иво, Бановић Антона Радислав, Барановић Николе Иво, Берленги-Бошњак Николе Загорка, Блажић-Лучић Бењамин Естера, Брезовац Стјепана Антун, Брнелић Ивана Виктор, Цветковић Миле Драгутин, Чече Јосипа Мирослав, Чауш-Шепек Ђуре Анка, Чех Јосипа Иван, Додиг Јосе Мате, Долтић Раде Жарко, Франин Грге Јосо, Гри Антона Рудолф, Ивановић Милутина Јован, Јардас-Санковић Рудолфа Даница, Кнежевић Марка Бранислав, Ковач Габре Вјекослав, Ковачев Фране Јосип, Ковачић Марина Ленко, Крпетић Рока Петар, Кватерник Петра Марјан, Лабус Стеве Ђураћ, Лазич Мане Јован, Летича Алексе Ђуро, Лончаревић Илије Петар, Лукета Шимуна Анте, Љубић-Бродарић Марка Марица, Мариновић Ивана Стјепан, Месарић Роке Мартин, Милаковић Миле Иво, Нађ Петра Иван, Новоселић Ивана Ђуро, Оливер Ивана Иван, Опачић Васиља Раде, Павошевић Томе Славко, Петрановић Матије Матија, Поповић Ивана Иван, Радетић Роберта Вилијам, Рађеновић-Чернуљ Јакова Марица, Ранер-Рудела Мате Штефица, Солис-Фргачић Антона Аница, Стипетић Стјепана Марко, Станић Маријана Владимир, Сушањ-Марот Ивана Иванка, Шимић Андре Андре, Шимић Стјепана Драгутин, Шимић Миливоја Петар, Шљивац Ивана Милан, Шубашић Фране Владо, Тодорић Милића Јово, Вејновић Николе Мара, Видас Атнона Иван, Врчек Андрије Винко, Жигић Раде Стево;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за социјалистичката изградба на земјата

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНИ ЗРАЦИ

Мајсторовић Милана Ратомир, Маравић Илије Милутин, Петрунић Фране Милан, Сушић Мате Јуре;

СО ОРДЕН ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД СО СРЕБРЕНА
СВЕЗДА

Аугустин Фране Младен, Бакарић Мате Аугуст, Басарић Јове Душан, Бего Јуре Јосо, Беук Рудолфа Маријан, Блажевић Игнатија Сава, Богнар Стјепана Јосип, Божић-Цицварић Николе Љубица, Брајковић Анте Стипе, Брбот Славка Крешимир, Бреговић Андрије Мијо, Брезарић Имбре Михаел, Будимир Јозе Иван, Бујас-Микша Јосипа Анка, Бурић Иве Маринко, Дејановић-Трнинић Милоша Олга, Драпић Обрена Ђоко, Дрљача-Ршумовић Милутина Драгица, Думанић Фане Здравко, Цапо Јосипа Шиме, Фрталић Ђурица Томислав, Хам-Милаковић Теодора Теодора, Хорват Фране Антун, Хржић Мате Франьо, Гардашанић Јосипа Маријан, Гризељ Луке Маријан, Гулан Анте Никола, Игнац Антуна Антун, Иванчић Анте Марин, Иванковић Андрије Милан, Јакубек Петра Мато, Јанчић Стјепана Иван, Јановић-Боначи Боже Ружица, Јовановић Романа Јурај, Јукић Јуре Владо, Калмар Фране Стјепан, Кишур-Подворац Матије Марица, Клоповић Мирка Иван, Кнеклин Фране Иван, Коларић Адама Никола, Колић Антуна Владимир, Кошић Мије Иван, Ковачић Славка Ивица, Козјак Аугуста Озрен, Крмар Јосе Илија, Крнета Саве Саво, Крпетић-Ершег Мате Јулија, Михајловић Милована Божо, Миланковић Јована Никола, Милековић Раде Лазо, Мишак Јосипа Драгутин, Мишлов Мате То-

мислав, Момчиловић Василија Васо, Новак Стјепана Стјепан, Орлић Јерка Јосип, Павловић-Млакар Павла Марија, Пеко-Доминис Мариа Нада, Першић Јосипа Јосип, Петричић Мате Иво, Петровић Гојка Живојин, Прикрил Божидара Борис, Путар Мирка Томо, Ребић Илије Миле, Сернић Ивана Иво, Слатина Ивана Јаков, Станивуковић Сава Милорад, Сутарић Стјепана Дарко, Шимић Фране Славица, Шпрајц Јосипа Иван, Штимац Миле Милан, Штимац-Јерковић Јосипа Радмила, Владовић Мате Никола, Врбанец Ивана Јосип, Вујаклија Раде Евица, Вукелић Мартина Владимир, Вукоша Миле Јаков, Звонар-Леванић Људевита Милица, Жижа Николе Петар, Бабић Ивана Јаков;

- за особени заслуги и постигнати успеси во работата од значење за напредокот на земјата

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО ЗЛАТЕН ВЕНЕЦ

Атанацковић Паје Димитрије, Бонефачић Павличира Бранко, Борковић Филипа Иво, Буђановац Јована Милош, Добросављевић Љубомира Радмила, Долинар Алојза Александар, Дончевић Јосипа Франьо, Ферберуш Николе Никола, Генералић Вицка Лука, Јанко Мартина Романо, Јереб Јакова Беривој, Јурас Пашке Анте, Јурјевић Атне Јосип, Копајтић Антуна Божена, Коруга Раде Петар, Лединић Иве Иво, Longhino Алберта Андрија, Петровић Иве Милан, Подобник Ферде Ладислав, Раљевић Петра Анте, Шарић Фране Владимир, Штефановић Мирка Франьо, Шутало Николе Јосип, Украинчик Ернеста Владо, Видаковић Николе Марко, Вучко Николе Мирко, Вучковић Мате Јуре, Вукелић Јосипа др Бранко;

СО ОРДЕН НА ТРУДОТ СО СРЕБРЕН ВЕНЕЦ

Алфировић-Лаури Фране Ирена, Андлар Михе Грга, Андријанић-Михајић Антона Марија, Бабић Обрада Милорад, Бабић-Грегориј Мате Смиљана, Вачић Клемента Антон, Балаговић Јураја Станко, Барић Стјепана Јуре, Велавић Ивана Здравко, Бенчик Мије Стјепан, Бибало Петра Иван, Вишкупец-Медверец Павла Штефица, Благојевић-Михајловић Васе Станка, Блажевић Јакова Никола, Блажевић Марка Радослав, Блешћ Јосипа Матија, Влуха Ивана Винко, Баотић Андрије Иван, Бобић-Бандић Јозе Јелица, Бојчић Сава Драгољуб, Брајовић Боже Милош, Бркић Момчила Ђорђе, Brunetti-Ценко Фране Марија, Бублић-Шпехар Ивана Катица, Будић Фране Ђуро, Будиселић Томислава Томислав, Бујан Фране Карло, Бурић Ивана Јосип, Бурић-Бољун Антона Палмира, Бусанић Ивана Марио, Буторац Мате Франьо, Буздон Фране Гојко, Ценко Ђуре Вјекослав, Цико Трипе Младен, Цвитан Виска Томо, Чикор-Миклеуц Рудолфа Анђелка, Чирин Владе Светислав, Чорак Мане Стево, Чуклић-Дрвенкар Валента Драгица, Чујић Марка Мирко, Деканић Стјепана Рока, Доленец Станислава Станислав, Драгојевић Николе Стеван, Дресто Андрије Звонко, Дуличић Мате Миховил, Думанић-Радица Анте Нада, Думанић-Томић Дује Весела, Дупор-Штефанко Стјепана Марија, Елезовић-Кошта Мате Јелка, Ерцеговић Ивана Јосип, Фабијан Виктор Јосип, Фаркаш-Трновчанец Андрије Драга, Feller Вилка Габриел, Финк Желка Желко, Флајц Ферде Славко, Флего Антона Едо, Фумић Анке Милан, Габор Јосипа Иван, Гојак Адама Иван, Горичанец Мартина Стјепан, Госарић-Павлић Рафаела Катица, Грабар Јосипа Пауло, Грубешић Лазе Јован, Гудец Ђуре Ђуро, Хабјан Мартина Стјепан, Хабуш Атнауна Станко, Хајек Виктор Иван, Халабарец Стјепана Франьо, Ханс Алодара Радмила, Хлавац Ивана Владимир, Хољевац-Иванковић Андрије Андрија, Хорват Ивана Драгутин, Хорват Винка Мирко, Хост Кузме Кузме, Ивановић Миле Никола, Иваштиновић Фране Владо, Јамбришак Јозе Мијо, Јањић Стјепана Игњо, Јојић Јована Светозар, Јошановић Воје Предраг, Јованић-Орник Фране Ђурђа, Јовановић Љубе Милан, Јукић Драге Мирко, Јурас Јосипа Антун, Јирчан Николе Иван, Јурчец Мелка Љубомир, Јуричевић Бартула Бартул, Кабаши Имера Гани, Кадовић Стјепана Јосип, Канижанец-Матиша Фране Нада, Кларић Јосе Јере, Клобучарић Стјепана Франьо, Коларић Антуна Вид, Колманић Стјепана Никола, Копривњак Владимир Винко, Корјалић Смаила Ђазим, Кос Филипа Ђуро, Кос

Ивана Мате, Ковач Зеферина Јурај, Ковач Блажа Вид, Ковачевић Османа Шеваљ, Ковачић Антона Фрањо, Крањец Стјепана Мијо, Криковић Фрање Јосип, Крижанец Петра Шимун, Крлежа Катарине Славо, Кроло Мирка Недиљко, Кржић Антона Драго, Кубатовић Ђуре Стево, Кукић Спасоја Боро, Кумир Павла Иван, Лепотинец Стјепана Златко, Ликер Ивана Леополд Ликовић Ивана Иван, Ловрин Шиме Јеролим, Лукетић Антуна Иван, Лукша Блажа Алојзије, Мачек Петра Јосип, Маглица Јосипа Леон, Малнар Јосипа Јаков, Малтар Јеронима Марко, Маљковић Ђуре Живко, Манце Филипа Анђело, Маретић Јосипа Дане, Марић Јосе Анте, Маркачевић-Блечић Фердинанда Линда, Мартинаец-Малек Томе Ана, Матић Рафаела Јелена, Матковић Бруна Алексје, Матотек Драгутина Драгутин, Медић Раде Миланко, Медлоби Стјепана Иван, Меркаш Антуна Драгутин, Месарић Ивана Јосип, Месарић Јосипа Јосип, Михаљевић Јосипа Филип, Михелић Јосипа Адолф, Миљеновић Јована Чедомир, Мирчевић Борислава Илија, Мирић Ђуре Милош, Миросављевић-Продановић Павла Јела, Мочван-Гаврановић Лазе Ђурђа, Моњац Милана Десенка, Мошмондор Драгутина Фрањо, Мотал Јосипа Здравко, Николић-Канаец Андрије Анка, Новини Матије Антон, Оштрек Андрије Антун, Пап Рудолфа Јосип, Пашкван Антона Љубица, Паштровић Ивана Ранко, Паут Срећка Анте, Павић-Славичек Рока Драгица, Павичић Марка Илија, Павлековић Павла Антун, Пејић Јозе Мато, Перишин Вицка Грга, Петњарић-Пулфер Фрање Ана, Петравић Ђуре Владимир, Петровић Чедомира Гордана, Петровић Луке Иван, Пинтарић Филипа Звонимир, Поднар Матије Матија, Половина Мане Милан, Пријатељ Стјепана Фрањо, Просен-Гаврановић Бранка Милица, Рачки-Ремигија Вјекослав, Радиновић-Јелачић Грге Милка, Радманић Антуна Карол, Рајтар-Шћуканец Јосипа Даница, Растовски Ивана Јосип, Ребић Милоша Данило, Рожић Сигизмунда Марио, Самарџија Стјепана Јосип, Самболек Јосипа Стјепан, Савић Миле Ранко, Секарди-Радошевић Ивана Марица, Северински Јосипа Славо, Скоплес Мије Звонко, Српак Фрање Милан, Станисављевић Милана Милан, Старчевић Ивана Ивка, Степић Стјепана Томо, Стојчевић Милутина Боровој, Сурла Илије Јово, Шарчевић Петра Славо, Шерцер Антуна Маријан, Шестан Јосипа Јосип, Шикић Милана Јаков, Шимић Марка Јосип, Шипек Ивана Станислав, Шкода Рока Филип, Шкворц Јосипа Павла, Шнајдар Павла Станко, Штефић-Крс Стјепана Нада, Шуперина Владимира Звонимир, Ткалчец Андрије Стјепан, Томић Антуна Маријан, Томљановић Бенедикта Владимир, Томљеновић Ивана Петар, Топлак Ивана Валент, Тројко Андрије Ђуро, Ујлаки Андрије Флоријан, Вамплин Мирка Стјепан, Варга Драгутина Стјепан, Вичевић-Лабус Стеве Јасенка, Видовић Саве Милутин, Влах Леонарда Фрањо, Влаић Мате Мирко, Војновић Илије Ђуро, Врбан Стјепана Ђуро, Вучинић Стјепана Фрањо, Вујић Владан Радивој, Вукобраговић Миле Драган, Вукић Јосипа Антун, Вуљанић Јанка Јосип, Зетовић Дамјана Јосип, Жежелић Рудолфа Анђело, Жганец Ловре Стјепан, Жибрат Ђуре Томислав, Живковић Мате Маријан, Жворц Петра Јосип;

- за заслугу во развивањето и реализирањето на концепцијата на општонародната одбрана и за успеси во подигањето на военно-стручно знаење и борбената готовност на нашите граѓани

СО ОРДЕН ЗА ВОЕНИ ЗАСЛУГИ СО СРЕБРЕНИ МЕЧЕВИ

Дамјановић Емила Ђорђе, Павловић Стјепана Стјепан;

- за заслуги во социјалистичката изградба на земјата

СО МЕДЕЛ ЗАСЛУГИ ЗА НАРОД

Antonello Бруне Јосип, Бабић-Влаисављевић Миле Даринка, Бајевић-Предојевић Стеве Љиланка, Барић Боже Анте, Богојевић Ивана Иван, Броз Какоба Фрањо, Даниловић Савана Миле, Делач Ивана Драго, Главашкић Ђуре Јосип, Хлупић Фрање Јагица, Јураић Ивана Иван, Калафатић-Влајчић Симе Драгица, Ковач-Бошковић Јуре

Соња, Мацут Ђурафа Мирјана, Манце-Гргурић Јурја Анкица, Микелић Миле Антон, Митровић-Магијевић Михаила Дубравка, Панкретић Андрије Јосип, Пејић-Чика Даница Даница, Пек Живка Маријан, Родић Јована Зора, Срхој Петра Никола, Старчевић Мирка Томислав, Жагар Јуре Ана, Жуљевић-Баран Густава Ана;

- за залагање и постигнаги успеси во работата

СО МЕДАЛ НА ТРУДОТ

Аћмовић Васе Мирослав, Albrecht Ивана Крешмир, Андраковић Стјепана Стјепан, Анић-Дубајић Стевана Савка, Авдић Шабана Мујо, Баришић Драге Владимир, Белавић-Блажевић Ивана Љерка, Биондић Мате Срећко, Блажон Флоријана Станко, Вдћт Јосипа Власта, Бориловић Фрање Иван, Божак Павла Едуард, Браниловић Мије Иван, Братоња Павла Павле, Бухин Јураја Јосип, Ђосић-Михаљевић Николе Анђа, Ђутић Миле Мирко, Чолаковић Марка Јозо, Докмановић Милана Бошко, Драгичевић-Ступар Ивана Анкица, Драгушица-Омрчен Филипа Ана, Ференац Николе Вид, Финк-Шпољарић Јосипа Марија, Фришчић Фрање Алојзије, Грабар-Радиковић Ивана Иванка, Грубешић Милана Јосип, Гужвинец Фрање Желько, Хаџан Салиха Хазим, Хајдаровић-Лехкец Фрање Марија, Хадињак Јосипа Рудолф, Хитрец Милана Љилана, Хорватовић Стјепана Стјепан, Хрелец Томе Рок, Хрг Ивана Јосип, Худерер-Галић Мије Ива, Хукел-Баричевић Павла Анка, Хуњади Фрање Драгутин, Иванчић Мате Јозо, Јакаша Петра Миливој, Јанковић Јосипа Станислав, Јовановић-Крзнарић Антуна Олгица, Јурајевчић-Храстов Матије Катница, Јуринец Јосипа Ладислав, Карлица Марка Драгомир, Касунић Јосипа Бранко, Киш-Турк Ивана Аница, Кланфар Петра Маријан, Кличкивић-Прерадовић Јове Ранка, Корен-Фундак Ђуре Марија, Коршо Јосипа Јосип, Ковачић Стјепана Драгутин, Ковачић Ђуре Фрањо, Ковачић Фрање Стјепан, Козјак Стјепана Иван, Крамар Јосипа Илонка, Крањец-Бакарић Винка Дуња, Крањец-Павлић Рока Тереза, Крегар Ивана Маријан, Крижанац Јакоба Аница, Кроктер Ивана Катарина, Кућас Стјепана Мијо, Купец Алексе Иван, Кутњак Аугуста Јосип, Латин Фрање Даниел, Левачић Антуна Валент, Ловрековић Фрање Фрањо, Љубојевић Томе Томо, Мачек Јосипа Иван, Малчић Маријана Андрија, Манојловић Миле Раде, Мараш-Шкара Крсте Томица, Марциуш Антуна Стјепан, Марин Вукашина Драган, Марника Николе Јосип, Мартинић Јуре Фрањо, Матијевић Николе Милош, Михоци Ивана Стјепан, Михоковић Драгутина Антун, Миколај Ивана Фрањо, Милановић Душана Ђуро, Милић Стојана Никола, Млинарић Аугуста Петар, Мустач Ђуре Мијо, Наранђа Мелка Ђуро, Новак Ивана Јосип, Новак Данила Вјекослав, Пашер Ивана Златко, Патафта Стјепана Рудолф, Пауновић-Фишер Мартина Кристина, Павинчић Ивана Рудолф, Перчинић-Гаржина Ивана Даворка, Пестић-Гранцарић Иве Ружарија, Пешут Мате Вјекослав, Петковић Фрање Алојз, Петковић Аугуста Звонко, Пилетић Фрање Вјекослав, Пинтар-Плеше Ивана Марија, Плевњак Самуела Јосип, Прусац Ивана Шимун, Пушић Саве Станислав, Пушкарић Ивана Фрањо, Реп Антуна Иван, Ресман Ивана Милан, Рибичић-Анић Маријана Зорка, Ристић Стефана Јован, Ружић-Бибер Мартина Марија, Саболић Фрање Маријан, Синковић Ивана Стјепан, Смиљанић Богдана Милан, Солдат Томе Желько, Страх Фрање Иван, Свирчевић-Јанковић Игњаца Аница, Шаламон Алексе Владимир, Шамарија Ивана Јосип, Шантек-Враговић Андрије Катница, Шимић Марка Анте, Шкворц-Вотуц Казимира Верица, Шотићек Ивана Максим, Шпицер Павла Драгутин, Шпољаревић-Пушкарић Ивана Роза Шпрајц Јосипа Станко, Шушњара Боже Иван, Тесла Миле Милош, Ткалчец Ивана Стјепан, Томашићевић Иве Андрија, Томпич-Коларић Ђирила Бернарда, Тополовец-Кључарић Јакоба Ката, Трбовић Мирослава Никола, Треска Ивана Фрањо, Третњак Николе Аугуст, Уршанић Стјепана Маријан, Ускоковић Светозара Милорад, Узур-Судар Јоце Ана, Ваља-Шавора Ивана Марија, Вертник-Смолковић Мартина Штефанија, Вишњак Блажа Иван, Вишњић-Босак Анђелка Љуба, Вочанец Стјепана Мирко, Волрић Фрање Бранко, Ворић

Јураја Драгутић, Врбанић-Лесјак Антуна Терезија, Вукић
Блажа Мирјана, Задрavec Ковачић Ивана Нада.

Бр. 105
20 ноември 1985 година
Београд

Претседател
на Претседателството на
СФРЈ,
Радован Влајковић, с. р.

СОДРЖИНА :

	Страна
246. Правилник за методите на земање примерци и методите на физички, хемиски и микробиолошки анализи на добиточната храна	421
Одликувања	457