

ДИРЕКТИВА 79/796/ЕИО НА КОМИСИЯТА

от 26 юли 1979 година,

**определяща методи на Общността за анализ с цел контрол на някои захари,
предназначени за консумация от човека**

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската икономическа общност,

като взе предвид Директива 73/437/ЕИО на Съвета от 11 декември 1973 г. за сближаване на законодателствата на държавите-членки по отношение на някои захари, предназначени за консумация от човека¹, и по-специално член 11 от нея,

като има предвид, че член 11 от гореупоменатата директива постановява съставът на някои захари да се контролира чрез методи за анализ на Общността;

като има предвид, че е желателно да се приеме първоначална серия методи, по отношение на които проучванията са приключили;

като има предвид, че методът за определяне на вида цвят на захар или на бяла захар и на рафинирана бяла захар, методът за измерване на проводимата пепел в рафинираната бяла захар, в захарен разтвор, в разтвор от инвертирана захар и в сироп от инвертирана захар, както и методът за определяне цвета в разтвор от рафинирана бяла захар и захарен разтвор, се определят в Приложението към Директива 73/437/ЕИО;

като има предвид, от друга страна, че поради очакваното определяне на по-нататъшните методи на Общността за определяне на редуциращите захари, би било целесъобразно да се предостави на държавите-членки избора да продължат да разрешават използването на методите „Лейн” и „Ейнон” (методи 7 и 8 в

¹ ОВ L 356, 27.12.1973 г., стр. 71

Приложение II, III т.3 и III. Т. 4), вместо метода „Лъф-Скурл” (метод 6 в Приложение II, III.3 и III.4)

като има предвид, че определените в настоящата директива методи за анализ са в съответствие със становището на Постоянния комитет по храните,

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член I

1. Държавите-членки изискват анализите, необходими за проверка на изложените в Приложение I критерии, да се извършват съгласно методите, описани в Приложение II към настоящата директива.

2. Без да се нарушава втората алинея, методът „Лъф-Скурл” (Приложение II, метод 6) следва да се използва за определяне на редуциращите захари в следните захари:

- захарен разтвор,
- разтвор от бяла захар,
- разтвор от инвертирана захар,
- разтвор от бяла инвертирана захар,
- сироп от инвертирана захар,
- глюкозен сироп,
- сироп от изсушена глюкоза,
- декстрозен монохидрат,
- анхидридна декстроза.

Държавите-членки могат, обаче, да изискват на териториите си използването на методите „Лейн” и „Ейнон” (Приложение II, методи 7 и/или 8 - в зависимост от случая) за определяне на редуциращите захари в една или повече от изброените по-горе захари.

3. Ако дадена държава-членка се възползва от предоставената ѝ във втората алинея на параграф 2 възможност, трябва незабавно да уведоми за това Комисията, както и останалите държави-членки.

Член 2

Държавите-членки въвеждат в сила закони, подзаконови или административни разпоредби, необходими за привеждане в съответствие с настоящата директива, не по-късно от 18 месеца от нотификацията ѝ. Те незабавно уведомят Комисията за това.

Член 3

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 26 юли 1979 година

За Комисията:

Étienne DAVIGNON

Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Област на приложение на методите на Общността за анализ на някои захари,
предназначени за консумация от човека

I. Определяне загубата на маса при сушенето в:

- полу-бяла захар (прилагайки метод 1, Приложение II)
- захар или бяла захар (прилагайки метод 1, Приложение II)
- бяла рафинирана захар (прилагайки метод 1, Приложение II)

II. Определяне на сухото вещество в:

II.1. - глюкозен сироп (прилагайки метод 2, Приложение II)

- сироп от изсушена глюкоза (прилагайки метод 2, Приложение II)
- декстрозен монохидрат (прилагайки метод 2, Приложение II)
- анхидридна декстроза (прилагайки метод 2, Приложение II)

II.2 - захарен разтвор или разтвор на бяла захар (прилагайки метод 3, Приложение II)

- разтвор на инвертирана захар или разтвор на бяла инвертирана захар (прилагайки метод 3, Приложение II)
- сироп на инвертирана захар или сироп на бяла инвертирана захар (прилагайки метод 3, Приложение II)

III. Измерване на редуциращите захари в:

III.1 - полу-бяла захар (прилагайки метод 4, Приложение II)

III.2 - захар или бяла захар (прилагайки метод 5, Приложение II)

- бяла рафинирана захар (прилагайки метод 5, Приложение II)

III.3 - захарен разтвор (прилагайки метод 6 или 7, Приложение II)

- разтвор на бяла захар (прилагайки метод 6 или 7, Приложение II)
- разтвор на инвертирана захар (прилагайки метод 6 или 7, Приложение II)
- разтвор на бяла инвертирана захар (прилагайки метод 6 или 7, Приложение II)
- сироп на инвертирана захар (прилагайки метод 6 или 7, Приложение II)
- сироп на бяла инвертирана захар (прилагайки метод 6 или 7, Приложение II)

III.4 - глюкозен сироп (прилагайки метод 6 или 8, Приложение II)

- сироп от изсушена глюкоза (прилагайки метод 6 или 8, Приложение II)
- декстрозен монохидрат (прилагайки метод 6 или 6, Приложение II)
- анхидридна декстроза (прилагайки метод 6 или 8, Приложение II)

IV. Определяне на сулфатната пепел в:

- глюкозен сироп (прилагайки метод 9, Приложение II)
- сироп на изсушена глюкоза (прилагайки метод 9, Приложение II)
- декстрозен монохидрат (прилагайки метод 9, Приложение II)
- анхидридна декстроза (прилагайки метод 9, Приложение II)

V. Определяне на поляризацията в:

- полу-бяла захар (прилагайки метод 10, Приложение II)
- захар или бяла захар (прилагайки метод 10, Приложение II)
- бяла рафинирана захар (прилагайки метод 10, Приложение II)

ПРИЛОЖЕНИЕ II
**МЕТОДИ НА АНАЛИЗ ЗА ПРОВЕРКА НА СЪСТАВА НА НЯКОИ ЗАХАРИ,
ПРЕДНАЗНАЧЕНИ ЗА КОНСУМАЦИЯ ОТ ЧОВЕКА**

УВОД

1. Подготовка на пробата за анализ

Разбърква се основно получената в лабораторията проба.

Отделя се от нея част, не по-малка от 200 г., и веднага се поставя в чист, сух и непропускащ влага съд, който не пропуска влага с херметичен капак.

2. Реактив и апаратура

При описанието на апаратурата са споменати само специалните инструменти и уреди, или тези, изискващи специални стандарти.

Когато се споменава вода, се има предвид дестилирана или деминерализирана вода, или поне вода със същата чистота.

Всички реактиви трябва да бъдат с качество на аналитични реактиви, освен ако друго не е посочено.

Когато се споменава разтвор на реактива без допълнително определение, се има предвид воден разтвор.

3. Изражение на резултатите

Резултатът, посочен в официалния отчет за анализа, представлява средната стойност на най-малко две определяния със задоволителна повторяемост.

Освен ако друго не е посочено, резултатите се изразяват в процент от масата на първоначалната проба, така както е получена в лабораторията.

Броят на значещите цифри в резултата, изразен по този начин, се определя от точността на метода.

Метод 1

ОПРЕДЕЛЯНЕ ЗАГУБАТА НА МАСА ПРИ СУШЕНЕ

1. Предмет и област на приложение

Методът определя загубата на маса при сушенето на:

- полу-бяла захар,
- захар или бяла захар,
- бяла рафинирана захар

2. Определение

„загуба на маса при сушене”: стойността на загубата на маса, определена чрез посочения по-долу метод.

3. Принцип

Загубата на маса при сушене се определя чрез сушене при температура 103 ± 2 °C

4. Апаратура

4.1. Аналитични везни, с точност до 0,1 мг.

4.2. Подходящо вентилирана и термостатично контролирана пещ, поддържаща температура 103 ± 2 °C

4.3. Метална везна с плоско блюдо, устойчиво на влиянието на пробите и изпитателните условия, с диаметър от най-малко 100 мм и дълбочина, не по-малка от 30 мм.

4.4. Сушилня, съдържаща прясно активиран силика гел или еквивалентен изсушаващ реактив, с индикатор за водното съдържание.

5. Процедура

N.B.: Действията, описани в т. 5.3 до т. 5.7, трябва да се извършват веднага след отваряне на контейнера с пробата.

5.1. Подсушава се в пещта (т. 4.2) блюдото (т. 4.3) до постоянно тегло при температура 103 ± 2 °C.

5.2. Охлажда се блюдото в сушилнята (т. 4.4) в продължение на най-малко 30 - 35 минути, след което се претегля по възможност с точност до 0,1 мг.

5.3. Претеглят се точно, по възможност до 0,1 мг., около 20 - 30 г. от пробата в блюдото.

5.4. Блюдото се оставя за три часа в пещта (т. 4.2) при температура 103 ± 2 °C.

5.5. Блюдото се охлажда в сушилнята (т. 4.4) и се претегля точно по възможност до 0,1 мг.

5.6. Блюдото се поставя отново в пещта при температура 103 ± 2 °C за 30 минути.

Охлажда се в сушилнята (т. 4.4) и се претегля точно по възможност до 0,1 мг. Действието се повтаря, ако разликата между двете претегляния е повече от 1 мг. Ако има увеличаване на масата, за изчисленията да се използва най-ниската отчетената стойност.

5.7. Общото време за изсушаване да не превишава четири часа.

6. Изражение на резултатите

6.1. Формула и метод на изчисление

Загубата на маса при изсушаване, като процент от масата на пробата, се определя от следната формула:

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

Където:

m_0 е първоначалната маса на частта за анализ в грамове

m_1 е масата на частта за анализ в грамове след сушенето.

6.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 0,2 г на 100 г от пробата.

Метод 2

Определяне на сухото вещество

Метод с вакуумна пещ

1. Предмет и област на приложение

Методът определя съдържанието на сухо вещество в:

- глюкозен сироп,
- сироп от изсушена глюкоза,
- декстрозен монохидрат,
- анхидридна декстроza

2. Определение

„Съдържание на сухото вещество”: съдържанието на сухо вещество, определено чрез посочения метод.

3. Принцип

Сухото вещество се определя при температура $70 \pm 1^{\circ}\text{C}$, като се използва вакуумна пещ с налягане не повече от 3,3 kPa (34 mbar). Частите за анализ от глюкозен сироп или сироп от изсушена глюкоза се подготвят чрез смесване с вода и кизелгур преди изсушаване.

4. Реактиви

4.1. Кизелгур: поставя се в Бюхнерова фуния и се пречиства няколко пъти чрез промиване с разредена солна киселина (1 мл. концентрирана киселина, гъстота при $20^{\circ}\text{C} = 1,19 \text{ г./мл.}$ на литър вода). Обработката завършва, когато промивната вода остане определено киселинна. Промива се с вода, докато стойността на РН на филтрираната вода остане по-голяма от 4. Изсушава се в пещта при температура $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ и се поставя в херметичен контейнер.

5. Апаратура

5.1. Вакуумна сушилна пещ, херметична, термостатично контролирана, оборудвана с термометър и вакуумен манометър. Пещта трябва да бъде проектирана така, че топлината бързо да се отдава на везните, поставени върху рафтовете.

5.2. *Механизъм за изсушаване на циркулиращия въздух*, състояща колона, пълна с прясно активиран сух силикагел или еквивалентен изсушаващ реактив, съдържащ индикатор за съдържанието на водата. Колоната се инсталира последователно с газов скрубър, съдържащ концентрирана сярна киселина. Той се свързва с отвора за всмукване на въздух на пещта.

5.3. *Вакуумна помпа*, която поддържа налягане в пещта от 3.3 кра (34 mbar) или по-малко.

5.4. *Метална везна с плоско блюдо*, устойчиво на влияние на пробите и изпитателните условия с диаметър най-малко 100 мм. и дълбочина не по-малка от 300 мм.

5.5. *Стъклена бъркалка* с дължина, която не позволява да падне изцяло в контейнера.

5.6. *Сушилня*, съдържаща прясно активиран сух силикагел или еквивалентен изсушаващ реактив, с индикатор за водното съдържание.

5.7. *Аналитични везни* с точност до 0,1 мг.

6. Процедура

6.1. Изсипват се около 30 г. кизелгур (т. 4.1) в блюдото на везната (т. 5.4), снабдена със стъклена бъркалка (т. 5.5). Поставя се всичко това в пещта (т. 5.1) при температура $70 \pm 1^{\circ}\text{C}$ и се намалява налягането до 3,3 кра (34 mbar) или по-малко.

Изсушаването продължава най-малко 5 часа, като през механизма за изсушаване в пещта влиза бавен поток от въздух. Налягането се проверява периодично и ако се налага, се коригира.

6.2. Възстановява се атмосферното налягане в пещта, като внимателно се увеличава потокът от сухия въздух. Веднага след това се поставя блюдото заедно със стъклената бъркалка в сушилнята (т. 5.6). Охлажда се, след което се премерва.

6.3. Внимателно се претеглят по възможност с точност до 1 мг. около 10 мг. от пробата за анализ в 100-милилитрова бехерова чаша.

6.4. Разрежда се частта за анализ с 10 мл. топла вода и се прехвърля на части разтворът в блюдото (т. 5.5) с помощта на стъклената бъркалка (т. 5.5).

6.5. Поставя се блюдото, съдържащо частта за анализ заедно със стъклената бъркалка в пещта и се намалява налягането до 3,3 кра (34 mbar) или по-малко. Суши се при температура $70 \pm 1^{\circ}\text{C}$, като в същото време бавен поток от сух въздух преминава през пещта.

Сушенето трябва да продължи 20 часа. Голяма част от загубите трябва да настъпят към края на първия ден. Необходимо е вакуумната помпа да работи при предварително зададено налягане и да позволява нахлуването на бавен поток от сух въздух в пещта, който да поддържа налягане от около 3,3 кра (34 mbar) или по-малко през нощта.

6.6. Възстановява се атмосферното налягане в пещта, като внимателно се увеличава подаването на сух въздух. След това веднага се поставя блюдото на везната и съдържанието му в сушилнята. Охлажда се, след което се претегля с точност по възможност до 1 мг.

6.7. Действието продължава (т.6.5) още 4 часа. Възстановява се атмосферното налягане в пещта и веднага се поставя блюдото в сушилнята. Охлажда се, след което се претегля. Установява се дали е постигната постоянна маса. Постоянната маса се счита за задоволителна, ако разликата между двете претегления на едно и също блюдо не превишава 2 мг. Ако разликата е по-голяма, се повтаря операция по т. 6.7.

6.8. Не се изисква използването на кизелгур или вода при определяне съдържанието на сухо вещество в проби от анхидридна декстроза и декстрозен монохидрат.

7. Изразяване на резултатите

7.1 Формула и методи на изчисление

Съдържанието на сухо вещество, като процент от масата на пробата, се изразява чрез:

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

Където:

m_0 = първоначалната маса на частта за анализ в грамове

m_1 = масата в грамове на блюдото, плюс кизелгура, стъклената бъркалка и остатъка от частта след сушенето

m_2 = масата в грамове на блюдото, плюс кизелгура и стъклената бъркалка

7.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 0,2 г на 100 г от пробата.

МЕТОД 3

ОПРЕДЕЛЯНЕ ЦЯЛОТО СЪДЪРЖАНИЕ НА СУХО ВЕЩЕСТВО

(рефрактометричен метод)

1. Предмет и област на приложение

Методът определя съдържанието на сухо вещество в:

- захарен разтвор,
- разтвор на бяла захар,
- разтвор на инвертирана захар,
- разтвор на бяла инвертирана захар,
- сироп на инвертирана захар,
- сироп на бяла инвертирана захар.

2. Определение

„Съдържание на сухо вещество”: съдържанието на сухо вещество, определено от посочения метод.

3. Принцип

Индексът на пречупване на частта за анализ се определя при 20°C и се конвертира в съдържание на сухо вещество посредством таблиците, посочващи концентрацията като функция от индекса на пречупване.

4. Апаратура

4.1. **Рефрактометър** с точност до 4 десетични пункта, снабден с термометър и водна циркулационна помпа, свързана с водна баня, термостатично контролирана при $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

4.2. *Източник на светлина*, състоящ се от натриева лампа

5. Процедура

5.1. Ако в пробата има остатъчни кристали, те се разтварят отново, като пробата се разрежда в отношение 1 : 1 (м/м).

5.2. Измерва се индексът на пречупване на пробата в рефрактометъра (т. 4.1) при 20 °C.

6. Изразяване и изчисление на резултатите

6.1. Изчислява се съдържанието на сухо вещество от индексите на пречупване за разтвори на захароза при 20°C в дадената таблица и се коригира наличието на инвертирани захари, като се прибавя към получените от таблицата резултати 0,022 за всеки 1% от инвертирана захар, намираща се в анализираната проба.

6.2. Ако пробата е била разредена до 1 : 1 (м/м) с вода, изчисленото съдържание на сухо вещество трябва да бъде умножено по 2.

6.3. Повторяемост

Разликата в резултатите от две определения, извършени едновременно или непосредствено едно след друго на една и съща проба, от същия специалист и при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,2 г. сухо вещество на 100 г. проба.

Таблицы за сравнение

Индекси на пречупване (n) на разтвори от захароза при 20°C⁽¹⁾

N (20°C) захароза (%)

п (20°C)	захароза (%)	п (20°C)	захароза (%)	п (20°C)	захароза (%)	п (20°C)	захароза (%)	п (20°C)	захароза (%)
1-3330	0-009	1-3365	2-436	1-3400	4-821	1-3435	7-164 ²	1-3470	9-466
1-3331	0-078	1-3366	2-505	1-3401	4-888	1-3436	7-230	1-3471	9-531
1-3332	0-149	1-3367	2-574	1-3402	4-956	1-3437	7-296	1-3472	9-596
1-3333	0-218	1-3368	2-642	1-3403	5-023	1-3438	7-362	1-3473	9-661
1-3334	0-288	1-3369	2-711	1-3404	5-091	1-3439	7-429	1-3474	9-726
1-3335	0-358	1-3370	2-779	1-3405	5-158	1-3440	7-495	1-3475	9-791
1-3336	0-428	1-3371	2-848	1-3406	5-225	1-3441	7-561	1-3476	9-856
1-3337	0-498	1-3372	2-917	1-3407	5-293	1-3442	7-627	1-3477	9-921
1-3338	0-567	1-3373	2-985	1-3408	5-360	1-3443	7-693	1-3478	9-986
1-3339	0-637	1-3374	3-053	1-3409	5-427	1-3444	7-759	1-3479	10-051
1-3340	0-707	1-3375	3-122	1-3410	5-494	1-3445	7-825	1-3480	10-116
1-3341	0-776	1-3376	3-190	1-3411	5-562	1-3446	7-891	1-3481	10-181
1-3342	0-846	1-3377	3-259	1-3412	5-626	1-3447	7-957	1-3482	10-246
1-3343	0-915	1-3378	3-327	1-3413	5-696	1-3448	8-023	1-3483	10-311
1-3344	0-985	1-3379	3-395	1-3414	5-763	1-3449	8-089	1-3484	10-375
1-3345	1-054	1-3380	3-463	1-3415	5-830	1-3450	8-155	1-3485	10-440
1-3346	1-124	1-3381	3-532	1-3416	5-897	1-3451	8-221	1-3486	10-505
1-3347	1-193	1-3382	3-600	1-3417	5-964	1-3452	8-287	1-3487	10-570
1-3348	1-263	1-3383	3-668	1-3418	6-031	1-3453	8-352	1-3488	10-634
1-3349	1-332	1-3384	3-736	1-3419	6-098	1-3454	8-418	1-3489	10-699
1-3350	1-401	1-3385	3-804	1-3420	6-165	1-3455	8-484	1-3490	10-763
1-3351	1-470	1-3386	3-872	1-3421	6-231	1-3456	8-550	1-3491	10-828
1-3352	1-540	1-3387	3-940	1-3422	6-298	1-3457	8-615	1-3492	10-892
1-3353	1-609	1-3388	4-008	1-3423	6-365	1-3458	8-681	1-3493	10-957
1-3354	1-678	1-3389	4-076	1-3424	6-432	1-3459	8-746	1-3494	11-021
1-3355	1-747	1-3390	4-144	1-3425	6-498	1-3460	8-812	1-3495	11-086

¹ стойностите в тези таблици са изчислени от уравнението, съставено от К. Розенхауер за ICUMSA, програмирано и компютризирано от Франк Дж. Карпънтър от UDSA и публикувано в Sugar J. 33, 15-22 (юни 1970 г.). Индексът на пречупване е измерен при 20°C с 0 линия на Na. Brix (% тегло на захарозата) е постигнат чрез измерване при 20°C на въздуха при 760 Torr (mm Hg) налягане и 50% относителна влажност. То замества предишната таблица 47.012, 11-то издание, взета от Internat. Sugar J. 39, 22s (1979).

1-3356	1-816	1-3391	4-212	1-3426	6-565	1-3461	8-878	1-3496	11-150
1-3357	1-885	1-3392	4-279	1-3427	6-632	1-3462	8-943	1-3497	11-215
1-3358	1-954	1-3393	4-347	1-3428	6-698	1-3463	9-008	1-3498	11-279
1-3359	2-023	1-3394	4-415	1-3429	6-765	1-3464	9-074	1-3499	11-343
1-3360	2-092	1-3395	4-483	1-3430	6-831	1-3465	9-139	1-3500	11-407
1-3361	2-161	1-3396	4-550	1-3431	6-898	1-3466	9-205	1-3501	11-472
1-3362	2-230	1-3397	4-618	1-3432	6-964	1-3467	9-270	1-3502	11-536
1-33631-	2-299	1-33981-	4-686	1-34331-	7-031	1-3468	9-335	1-35031-	11-60011
3364	2-367	3399	4-753	3434	7-097	1-3469	9-400	3504	-664
1-3505	11-728	1-3560	15-207	1-3615	18-595	1-3670	21-896	1-3725	25-114
1-3506	11-792	1-3561	15-269	1-3616	18-655	1-3671	21-955	1-3726	25-172
1-3507	11-856	1-3562	15-332	1-3617	18-716	1-3672	22-014	1-3727	25-230
1-3508	11-920	1-3563	15-394	1-3618	18-777	1-3673	22-073	1-3728	25-287
1-3509	10-375	1-3564	15-456	1-3619	18-837	1-3674	22-132	1-3729	25-345
1-3510	12-048	1-3565	15-518	1-3620	18-898	1-3675	22-192	1-3730	25-403
1-3511	12-112	1-3566	15-581	1-3621	18-959	1-3676	22-251	1-3731	25-460
1-3512	12-176	1-3567	15-643	1-3622	19-019	1-3677	22-310	1-3732	25-518
1-3513	12-240	1-3568	15-705	1-3623	19-080	1-3678	22-369	1-3733	25-576
1-3514	12-304	1-3569	15-767	1-3624	19-141	1-3679	22-428	1-3734	25-633
1-3515	12-368	1-3570	15-829	1-3625	19-201	1-3680	22-487	1-3735	25-691
1-3516	12-431	1-3571	15-891	1-3626	19-262	1-3681	22-546	1-3736	25-748
1-3517	12-495	1-3572	15-953	1-3627	19-322	1-3682	22-605	1-3737	25-806
1-3518	12-559	1-3573	16-016	1-3628	19-382	1-3683	22-664	1-3738	25-863
1-3519	12-623	1-3574	16-078	1-3629	19-443	1-3684	22-723	1-3739	25-921
1-3520	12-686	1-3575	16-140	1-3630	19-503	1-3685	22-781	1-3740	25-978
1-3521	12-750	1-3576	16-201	1-3631	19-564	1-3686	22-840	1-3741	26-035
1-3522	12-813	1-3577	16-263	1-3632	19-624	1-3687	22-899	1-3742	26-093
1-3523	12-877	1-3578	16-325	1-3633	19-684	1-3688	22-958	1-3743	26-150
1-3524	12-940	1-3579	16-387	1-3634	19-745	1-3689	23-017	1-3744	26-207
1-3525	13-004	1-3580	16-449	1-3635	19-805	1-3690	23-075	1-3745	26-265
1-3526	13-067	1-3581	16-511	1-3636	19-865	1-3691	23-134	1-3746	26-322
1-3527	13-131	1-3582	16-573	1-3637	19-925	1-3692	23-193	1-3747	26-379
1-3528	13-194	1-3583	16-634	1-3638	19-985	1-3693	23-251	1-3748	26-436
1-3529	13-258	1-3584	16-696	1-3639	20-045	1-3694	23-310	1-3749	26-493
1-3530	13-321	1-3585	16-758	1-3640	20-106	1-3695	23-369	1-3750	26-551
1-3531	13-384	1-3586	16-819	1-3641	20-166	1-3696	23-427	1-3751	26-608
1-3532	13-448	1-3587	16-881	1-3642	20-226	1-3697	23-486	1-3752	26-665
1-3533	13-511	1-3588	16-943	1-3643	20-286	1-3698	23-544	1-3753	26-722
1-3534	13-574	1-3589	17-004	1-3644	20-346	1-3699	23-603	1-3754	26-779
1-3535	13-637	1-3590	17-066	1-3645	20-406	1-3700	23-661	1-3755	26-836
1-3536	13-700	1-3591	17-127	1-3646	20-466	1-3701	23-720	1-3756	26-893
1-3537	13-763	1-3592	17-189	1-3647	20-525	1-3702	23-778	1-3757	26-950
1-3538	13-826	1-3593	17-250	1-3648	20-585	1-3703	23-836	1-3758	27-007
1-3539	13-890	1-3594	17-311	1-3649	20-645	1-3704	23-895	1-3759	27-064

1-3540	13-953	1-3595	17-373	1-3650	20-705	1-3705	23-953	1-3760	27-121
1-3541	14-016	1-3596	17-434	1-3651	20-765	1-3706	24-011	1-3761	27-178
1-3542	14-079	1-3597	17-496	1-3652	20-825	1-3707	24-070	1-3762	27-234
1-3543	14-141	1-3598	17-557	1-3653	20-884	1-3708	24-128	1-3763	27-291
1-3544	14-204	1-3599	17-618	1-3654	20-944	1-3709	24-186	1-3764	27-348
1-3545	14-267	1-3600	17-679	1-3655	21-004	1-3710	24-244	1-3765	27-405
1-3546	14-330	1-3601	17-741	1-3656	21-063	1-3711	24-302	1-3766	27-462
1-3547	14-393	1-3602	17-802	1-3657	21-123	1-3712	24-361	1-3767	27-518
1-3548	14-456	1-3603	17-863	1-3658	21-183	1-3713	24-419	1-3768	27-575
1-3549	14-518	1-3604	17-924	1-3659	21-242	1-3714	24-477	1-3769	27-632
1-3550	14-581	1-3605	17-985	1-3660	21-302	1-3715	24-535	1-3770	27-688
1-3551	14-644	1-3606	18-046	1-3661	21-361	1-3716	24-593	1-3771	27-745
1-3552	14-707	1-3607	18-107	1-3662	21-421	1-3717	24-651	1-3772	27-802
1-3553	14-769	1-3608	18-168	1-3663	21-480	1-3718	24-709	1-3773	27-858
1-3554	14-832	1-3609	18-229	1-3664	21-540	1-3719	24-767	1-3774	27-915
1-3555	14-894	1-3610	18-290	1-3665	21-599	1-3720	24-825	1-3775	27-971
1-3556	14-957	1-3611	18-351	1-3666	21-658	1-3721	24-883	1-3776	28-028
1-3557	15-019	1-3612	18-412	1-3667	21-718	1-3722	24-941	1-3777	28-084
1-3558	15-08215	1-3613	18-47318	1-3668	21-777	1-3723	24-998	1-3778	28-141
1-3559	144	1-3614	534	1-3669	21-836	1-3724	25-056	1-3779	28-197
1-3780	28-253	1-3835	31-317	1-3890	34-310	1-3945	37-233	1-4000	40-091
1-3781	28-310	1-3836	31-372	1-3891	34-363	1-3946	37-286	1-4001	40-142
1-3782	28-366	1-3837	31-428	1-3892	34-417	1-3947	37-338	1-4002	40-194
1-3783	28-422	1-3838	31-482	1-3893	34-471	1-3948	37-391	1-4003	40-245
1-3784	28-479	1-3839	31-537	1-3894	34-524	1-3949	37-443	1-4004	40-296
1-3785	28-535	1-3840	31-592	1-3895	34-578	1-3950	37-495	1-4005	40-348
1-3786	28-591	1-3841	31-647	1-3896	34-632	1-3951	37-548	1-4006	40-399
1-3787	28-648	1-3842	31-702	1-3897	34-685	1-3952	37-600	1-4007	40-450
1-3788	28-704	1-3843	31-757	1-3898	34-739	1-3953	37-653	1-4008	40-501
1-3789	28-760	1-3844	31-812	1-3899	34-793	1-3954	37-705	1-4009	40-553
1-3790	28-816	1-3845	31-867	1-3900	34-846	1-3955	37-757	1-4010	40-604
1-3791	28-872	1-3846	31-922	1-3901	34-900	1-3956	37-810	1-4011	40-655
1-3792	28-928	1-3847	31-976	1-3902	34-953	1-3957	37-862	1-4012	40-706
1-3793	28-984	1-3848	32-031	1-3903	35-007	1-3958	37-914	1-4013	40-757
1-3794	29-040	1-3849	32-089	1-3904	35-060	1-3959	37-967	1-4014	40-808
1-3795	29-096	1-3850	32-140	1-3905	35-114	1-3960	38-019	1-4015	40-860
1-3796	29-152	1-3851	32-195	1-3906	35-167	1-3961	38-071	1-4016	40-911
1-3797	29-208	1-3852	32-250	1-3907	35-220	1-3962	38-123	1-4017	40-962
1-3798	29-264	1-3853	32-304	1-3908	35-274	1-3963	38-175	1-4018	41-013
1-3799	29-320	1-3854	32-359	1-3909	35-327	1-3964	38-228	1-4019	41-064
1-3800	29-376	1-3855	32-414	1-3910	35-380	1-3965	38-280	1-4020	41-115
1-3801	29-432	1-3856	32-468	1-3911	35-434	1-3966	38-332	1-4021	41-166
1-3802	29-488	1-3857	32-523	1-3912	35-487	1-3967	38-384	1-4022	41-217
1-3803	29-544	1-3858	32-577	1-3913	35-540	1-3968	38-436	1-4023	41-268
1-3804	29-600	1-3859	32-632	1-3914	35-593	1-3969	38-488	1-4024	41-318

1-3805	29-655	1-3860	32-686	1-3915	35-647	1-3970	38-540	1-4025	41-369
1-3806	29-711	1-3861	32-741	1-3916	35-700	1-3971	38-592	1-4026	41-420
1-3807	29-767	1-3862	32-795	1-3917	35-753	1-3972	38-644	1-4027	41-471
1-3808	29-823	1-3863	32-849	1-3918	35-806	1-3973	38-696	1-4028	41-522
1-3809	29-870	1-3864	32-909	1-3919	35-859	1-3974	38-748	1-4029	41-573
1-3810	29-934	1-3865	32-958	1-3920	35-912	1-3975	38-800	1-4030	41-623
1-3811	29-989	1-3866	33-013	1-3921	35-966	1-3976	38-852	1-4031	41-674
1-3812	30-045	1-3867	33-067	1-3922	36-019	1-3977	38-904	1-4032	41-725
1-3813	30-101	1-3868	33-121	1-3923	36-072	1-3978	38-955	1-4033	41-776
1-3814	30-156	1-3869	33-175	1-3924	36-125	1-3979	39-007	1-4034	41-826
1-3815	30-212	1-3870	33-230	1-3925	36-178	1-3980	39-059	1-4035	41-877
1-3816	30-267	1-3871	33-284	1-3926	36-231	1-3981	39-111	1-4036	41-928
1-3817	30-323	1-3872	33-338	1-3927	36-284	1-3982	39-163	1-4037	41-978
1-3818	30-378	1-3873	33-392	1-3928	36-337	1-3983	39-214	1-4038	42-029
1-3819	30-434	1-3874	33-446	1-3929	36-389	1-3984	39-266	1-4039	42-080
1-3820	30-489	1-3875	33-500	1-3930	36-422	1-3985	39-318	1-4040	42-130
1-3821	30-544	1-3876	33-555	1-3931	36-495	1-3986	39-370	1-4041	42-181
1-3822	30-600	1-3877	33-609	1-3932	36-548	1-3987	39-421	1-4042	42-231
1-3823	30-655	1-3878	33-663	1-3933	36-601	1-3988	39-473	1-4043	42-282
1-3824	30-711	1-3879	33-717	1-3934	36-654	1-3989	39-525	1-4044	42-332
1-3825	30-766	1-3880	33-771	1-3935	36-706	1-3990	39-576	1-4045	42-383
1-3826	30-821	1-3881	33-825	1-3936	36-759	1-3991	39-628	1-4046	42-433
1-3827	30-876	1-3882	33-879	1-3937	36-812	1-3992	39-679	1-4047	42-484
1-3828	30-932	1-3883	33-933	1-3938	36-865	1-3993	39-731	1-4048	42-534
1-3829	30-987	1-3884	33-987	1-3939	36-917	1-3994	39-782	1-4049	42-585
1-3830	31-042	1-3885	34-040	1-3940	36-970	1-3995	39-834	1-4050	42-635
1-3831	31-097	1-3886	34-094	1-3941	37-023	1-3996	39-885	1-4051	42-685
1-3832	31-152	1-3887	34-148	1-3942	37-075	1-3997	39-937	1-4052	42-736
1-3833	31-216	1-3888	34-202	1-3943	37-128	1-3998	39-988	1-4053	42-786
1-3834	31-289	1-3889	34-256	1-3944	37-180	1-3999	40-040	1-4054	42-836
1-4055	42-887	1-4110	45-623	1-4165	48-302	1-4220	50-928	1-4275	53-501
1-4056	42-937	1-4111	45-672	1-4166	48-350	1-4221	50-975	1-4276	53-548
1-4057	42-987	1-4112	45-721	1-4167	48-399	1-4222	51-022	1-4278	53-594
1-4058	43-037	1-4113	45-770	1-4168	48-447	1-4223	51-069	1-4278	53-640
1-4059	43-088	1-4114	45-820	1-4169	48-495	1-4224	51-116	1-4279	53-686
1-4060	43-138	1-4115	45-869	1-4170	48-543	1-4225	51-164	1-4280	53-733
1-4061	43-188	1-4116	45-918	1-4071	48-591	1-4226	51-211	1-4281	53-779
1-4062	43-238	1-4117	45-967	1-4172	48-639	1-4227	51-258	1-4282	53-825
1-4063	43-288	1-4118	46-016	1-4173	48-687	1-4228	51-305	1-4283	53-871
1-4064	43-338	1-4119	46-065	1-4174	48-735	1-4229	51-352	1-4284	53-918
1-4065	43-388	1-4120	46-114	1-4175	48-784	1-4230	51-399	1-4285	53-964
1-4066	43-439	1-4121	46-163	1-4176	48-832	1-4231	51-446	1-4286	54-010
1-4067	43-489	1-4122	46-212	1-4177	48-880	1-4232	51-493	1-4287	54-056
1-4068	43-539	1-4123	46-261	1-4178	48-928	1-4233	51-540	1-4288	54-102

1-4069	43-589	1-4124	46-310	1-4179	48-976	1-4234	51-587	1-4289	54-148
1-4070	43-639	1-4125	46-359	1-4180	49-023	1-4235	51-634	1-4290	54-194
1-4071	43-689	1-4126	46-408	1-4181	49-071	1-4236	51-681	1-4291	54-241
1-4072	43-739	1-4127	46-457	1-4182	49-119	1-4237	51-728	1-4292	54-287
1-4073	43-789	1-4128	46-506	1-4183	49-167	1-4238	51-775	1-4293	54-333
1-4074	43-838	1-4129	46-555	1-4184	49-215	1-4239	51-822	1-4294	54-379
1-4075	43-888	1-4130	46-604	1-4185	49-263	1-4240	51-869	1-4295	54-425
1-4076	43-938	1-4131	46-652	1-4186	49-311	1-4241	51-916	1-4296	54-471
1-4077	43-988	1-4132	46-701	1-4187	49-359	1-4242	51-963	1-4297	54-517
1-4078	44-038	1-4133	46-750	1-4188	49-407	1-4243	52-010	1-4298	54-563
1-4079	44-088	1-4134	46-799	1-4189	49-454	1-4244	52-057	1-4299	54-609
1-4080	44-138	1-4135	46-848	1-4190	49-502	1-4245	52-104	1-4300	54-655
1-4081	44-187	1-4136	46-896	1-4191	49-550	1-4246	52-150	1-4301	54-701
1-4082	44-237	1-4137	46-945	1-4192	49-598	1-4247	52-197	1-4302	54-746
1-4083	44-287	1-4138	46-994	1-4193	49-645	1-4248	52-244	1-4303	54-792
1-4084	44-337	1-4139	47-043	1-4194	49-693	1-4249	52-291	1-4304	54-838
1-4085	44-386	1-4140	47-091	1-4195	49-741	1-4250	52-338	1-4305	54-884
1-4086	44-436	1-4141	47-140	1-4196	49-788	1-4251	52-384	1-4306	54-930
1-4087	44-486	1-4142	47-188	1-4197	49-836	1-4252	52-431	1-4307	54-976
1-4088	44-535	1-4143	47-237	1-4198	49-884	1-4253	52-478	1-4308	55-022
1-4089	44-585	1-4144	47-286	1-4199	49-931	1-4254	52-524	1-4309	55-067
1-4090	44-635	1-4145	47-334	1-4200	49-979	1-4255	52-571	1-4310	55-113
1-4091	44-684	1-4146	47-383	1-4201	50-027	1-4256	52-618	1-4311	55-159
1-4092	44-734	1-4147	47-431	1-4202	50-074	1-4257	52-664	1-4312	55-205
1-4093	44-783	1-4148	47-480	1-4203	50-122	1-4258	52-711	1-4313	55-250
1-4094	44-833	1-4149	47-528	1-4204	50-169	1-4259	52-758	1-4314	55-296
1-4095	44-882	1-4150	47-577	1-4205	50-217	1-4260	52-804	1-4315	55-342
1-4096	44-932	1-4151	47-625	1-4206	50-264	1-4261	52-851	1-4316	55-388
1-4097	44-981	1-4152	47-674	1-4207	50-312	1-4262	52-897	1-4317	55-433
1-4098	45-031	1-4153	47-722	1-4208	50-359	1-4263	52-944	1-4318	55-479
1-4099	45-080	1-4154	47-771	1-4209	50-407	1-4264	52-990	1-4319	55-524
1-4100	45-130	1-4155	47-819	1-4210	50-454	1-4265	53-037	1-4320	55-570
1-4101	45-179	1-4156	47-868	1-4211	50-502	1-4266	53-083	1-4321	55-616
1-4102	45-228	1-4157	47-916	1-4212	50-549	1-4267	53-130	1-4322	55-661
1-4103	45-278	1-4158	47-964	1-4213	50-596	1-4268	53-176	1-4323	55-707
1-4104	45-327	1-4159	48-013	1-4214	50-644	1-4269	53-223	1-4324	55-752
1-4105	45-376	1-4160	48-061	1-4215	50-691	1-4270	53-269	1-4325	55-798
1-4106	45-426	1-4161	48-109	1-4216	50-738	1-4271	53-316	1-4326	55-844
1-4107	45-475	1-4162	48-158	1-4217	50-786	1-4272	53-362	1-4327	55-889
1-4108	45-524	1-4163	48-206	1-4218	50-833	1-4273	53-408	1-4328	55-935
1-4109	45-574	1-4164	48-254	1-4219	50-880	1-4274	53-455	1-4329	55-980
1-4330	56-026	1-4385	58-503	1-4440	60-935	1-4495	63-324	1-4550	65-672
1-4331	56-071	1-4386	58-547	1-4441	60-979	1-4496	63-367	1-4551	65-714
1-4332	56-116	1-4388	58-592	1-4442	61-023	1-4498	63-410	1-4552	65-756

1-4333	56-162	1-4388	58-637	1-4443	61-066	1-4498	63-453	1-4553	65-798
1-4334	56-207	1-4389	58-681	1-4444	61-110	1-4499	63-496	1-4554	65-841
1-4335	56-253	1-4390	58-726	1-4445	61-154	1-4500	63-539	1-4555	65-883
1-4336	56-298	1-4391	58-770	1-4446	61-198	1-4501	63-582	1-4556	65-925
1-4337	56-343	1-4392	58-815	1-4447	61-241	1-4502	63-625	1-4557	65-967
1-4338	56-389	1-4393	58-859	1-4448	61-285	1-4503	63-668	1-4558	66-010
1-4339	56-434	1-4394	58-904	1-4449	61-329	1-4504	63-711	1-4559	66-052
1-4340	56-479	1-4395	58-948	1-4450	61-372	1-4505	63-754	1-4560	66-094
1-4341	56-525	1-4396	58-993	1-4451	61-416	1-4506	63-797	1-4561	66-136
1-4342	56-570	1-4397	59-037	1-4452	61-460	1-4507	63-840	1-4562	66-178
1-4343	56-615	1-4398	59-082	1-4453	61-503	1-4508	63-882	1-4563	66-221
1-4344	56-660	1-4399	59-126	1-4454	61-547	1-4509	63-925	1-4564	66-263
1-4345	56-706	1-4400	59-170	1-4455	61-591	1-4510	63-968	1-4565	66-305
1-4346	56-751	1-4401	59-215	1-4456	61-634	1-4511	64-011	1-4566	66-347
1-4347	56-796	1-4402	59-259	1-4457	61-678	1-4512	64-054	1-4567	66-389
1-4348	56-841	1-4403	59-304	1-4458	61-721	1-4513	64-097	1-4568	66-431
1-4349	56-887	1-4404	59-348	1-4459	61-765	1-4514	64-139	1-4569	66-473
1-4350	56-932	1-4405	59-392	1-4460	61-809	1-4515	64-182	1-4570	66-515
1-4351	56-977	1-4406	59-437	1-4461	61-852	1-4516	64-225	1-4571	66-557
1-4352	57-022	1-4407	59-481	1-4462	61-896	1-4517	64-268	1-4572	66-599
1-4353	57-067	1-4408	59-525	1-4463	61-939	1-4518	64-311	1-4573	66-641
1-4354	57-112	1-4409	59-569	1-4464	61-983	1-4519	64-353	1-4574	66-683
1-4355	57-157	1-4410	59-614	1-4465	62-026	1-4520	64-396	1-4575	66-725
1-4356	57-202	1-4411	59-658	1-4466	62-070	1-4521	64-439	1-4576	66-767
1-4357	57-247	1-4412	59-702	1-4467	62-113	1-4522	64-481	1-4577	66-809
1-4358	57-292	1-4413	59-746	1-4468	62-156	1-4523	64-524	1-4578	66-851
1-4359	57-337	1-4414	59-791	1-4469	62-200	1-4524	64-567	1-4579	66-893
1-4360	57-382	1-4415	59-835	1-4470	62-243	1-4525	64-609	1-4580	66-935
1-4361	57-427	1-4416	59-879	1-4471	62-287	1-4526	64-652	1-4581	66-977
1-4362	57-472	1-4417	59-923	1-4472	62-330	1-4527	64-695	1-4582	67-019
1-4363	57-517	1-4418	59-967	1-4473	62-373	1-4528	64-737	1-4583	67-061
1-4364	57-562	1-4419	60-011	1-4474	62-417	1-4529	64-780	1-4584	67-103
1-4365	57-607	1-4420	60-056	1-4475	62-460	1-4530	64-823	1-4585	67-145
1-4366	57-652	1-4421	60-100	1-4476	62-503	1-4531	64-865	1-4586	67-186
1-4367	57-697	1-4422	60-144	1-4477	62-547	1-4532	64-908	1-4587	67-228
1-4368	57-742	1-4423	60-188	1-4478	62-590	1-4533	64-950	1-4588	67-270
1-4369	57-787	1-4424	60-232	1-4479	62-633	1-4534	64-993	1-4589	67-312
1-4370	57-832	1-4425	60-276	1-4480	62-677	1-4535	65-035	1-4590	67-354
1-4371	57-877	1-4426	60-320	1-4481	62-720	1-4536	65-078	1-4591	67-396
1-4372	57-921	1-4427	60-364	1-4482	62-763	1-4537	65-120	1-4592	67-437
1-4373	57-966	1-4428	60-408	1-4483	62-806	1-4538	65-163	1-4593	67-479
1-4374	58-011	1-4429	60-452	1-4484	62-849	1-4539	65-205	1-4594	67-521
1-4375	58-056	1-4430	60-496	1-4485	62-893	1-4540	65-248	1-4595	67-563
1-4376	58-101	1-4431	60-540	1-4486	62-936	1-4541	65-290	1-4596	67-604

1·4377	58·145	1·4432	60·584	1·4487	62·979	1·4542	65·333	1·4597	67·646
1·4378	58·190	1·4433	60·628	1·4488	63·022	1·4543	65·375	1·4598	67·688
1·4379	58·235	1·4434	60·672	1·4489	63·065	1·4544	65·417	1·4599	67·729
1·4380	58·279	1·4435	60·716	1·4490	63·108	1·4545	65·460	1·4600	67·771
1·4381	58·324	1·4436	60·759	1·4491	63·152	1·4546	65·502	1·4601	67·813
1·4382	58·369	1·4437	60·803	1·4492	63·195	1·4547	65·544	1·4602	67·854
1·4383	58·413	1·4438	60·847	1·4493	63·238	1·4548	65·587	1·4603	67·896
1·4384	58·458	1·4439	60·891	1·4494	63·281	1·4549	65·629	1·4604	67·938
1·4605	67·979	1·4660	70·249	1·4715	72·482	1·4770	74·678	1·4825	76·841
1·4606	68·021	1·4661	70·290	1·4716	72·522	1·4771	74·718	1·4826	76·880
1·4607	68·063	1·4662	70·331	1·4717	72·562	1·4772	74·758	1·4827	76·919
1·4608	68·104	1·4663	70·372	1·4718	72·602	1·4773	74·797	1·4828	76·958
1·4609	68·146	1·4664	70·413	1·4719	72·643	1·4774	74·837	1·4829	76·997
1·4610	68·187	1·4665	70·453	1·4720	72·683	1·4775	74·876	1·4830	77·036
1·4611	68·229	1·4666	70·494	1·4721	72·723	1·4776	74·916	1·4831	77·075
1·4612	68·270	1·4667	70·535	1·4722	72·763	1·4777	74·956	1·4832	77·113
1·4613	68·312	1·4668	70·576	1·4723	72·803	1·4778	74·995	1·4833	77·152
1·4614	68·353	1·4669	70·617	1·4724	72·843	1·4779	75·035	1·4834	77·191
1·4615	68·395	1·4670	70·658	1·4725	72·884	1·4780	75·074	1·4835	77·230
1·4616	68·436	1·4671	70·698	1·4726	72·924	1·4781	75·114	1·4836	77·269
1·4617	68·478	1·4672	70·739	1·4727	72·964	1·4782	75·153	1·4837	77·308
1·4618	68·519	1·4673	70·780	1·4728	73·004	1·4783	75·193	1·4838	77·347
1·4619	68·561	1·4674	70·821	1·4729	73·044	1·4784	75·232	1·4839	77·386
1·4620	68·602	1·4675	70·861	1·4730	73·084	1·4785	75·272	1·4840	77·425
1·4621	68·643	1·4676	70·902	1·4731	73·124	1·4786	75·311	1·4841	77·463
1·4622	68·685	1·4677	70·943	1·4732	73·164	1·4787	75·350	1·4842	77·502
1·4623	68·726	1·4678	70·984	1·4733	73·204	1·4788	75·390	1·4843	77·541
1·4624	68·768	1·4679	71·024	1·4734	73·244	1·4789	75·429	1·4844	77·580
1·4625	68·809	1·4680	71·065	1·4735	73·285	1·4790	75·469	1·4845	77·619
1·4626	68·850	1·4681	71·106	1·4736	73·325	1·4791	75·508	1·4846	77·657
1·4627	68·892	1·4682	71·146	1·4737	73·365	1·4792	75·547	1·4847	77·696
1·4628	68·933	1·4683	71·187	1·4738	73·405	1·4793	75·587	1·4848	77·735
1·4629	68·974	1·4684	71·228	1·4739	73·445	1·4794	75·626	1·4849	77·774
1·4630	69·016	1·4685	71·268	1·4740	73·485	1·4795	75·666	1·4850	77·812
1·4631	69·057	1·4686	71·309	1·4741	73·524	1·4796	75·705	1·4851	77·851
1·4632	69·098	1·4687	71·349	1·4742	73·564	1·4797	75·744	1·4852	77·890
1·4633	69·139	1·4688	71·390	1·4743	73·604	1·4798	75·784	1·4853	77·928
1·4634	69·181	1·4689	71·431	1·4744	73·644	1·4799	75·823	1·4854	77·967
1·4635	69·222	1·4690	71·471	1·4745	73·684	1·4800	75·862	1·4855	78·006
1·4636	69·263	1·4691	71·512	1·4746	73·724	1·4801	75·901	1·4856	78·045
1·4637	69·304	1·4692	71·552	1·4747	73·764	1·4802	75·941	1·4857	78·083
1·4638	69·346	1·4693	71·593	1·4748	73·804	1·4803	75·980	1·4858	78·122
1·4639	69·387	1·4694	71·633	1·4749	73·844	1·4804	76·019	1·4859	78·160

1·4640	69·428	1·4695	71·674	1·4750	73·884	1·4805	76·058	1·4860	78·199
1·4641	69·469	1·4696	71·714	1·4751	73·924	1·4806	76·098	1·4861	78·238
1·4642	69·510	1·4697	71·755	1·4752	73·963	1·4807	76·137	1·4862	78·276
1·4643	69·551	1·4698	71·795	1·4753	74·003	1·4808	76·176	1·4863	78·315
1·4644	69·593	1·4699	71·836	1·4754	74·043	1·4809	76·215	1·4864	78·353
1·4645	69·634	1·4700	71·876	1·4755	74·083	1·4810	76·254	1·4865	78·392
1·4646	69·675	1·4701	71·917	1·4756	74·123	1·4811	76·294	1·4866	78·431
1·4647	69·716	1·4702	71·957	1·4757	74·162	1·4812	76·333	1·4867	78·469
1·4648	69·757	1·4703	71·998	1·4758	74·202	1·4813	76·372	1·4868	78·508
1·4649	69·798	1·4704	72·038	1·4759	74·242	1·4814	76·411	1·4869	78·546
1·4650	69·839	1·4705	72·078	1·4760	74·282	1·4815	76·450	1·4870	78·585
1·4651	69·880	1·4706	72·119	1·4761	74·321	1·4816	76·489	1·4871	78·623
1·4652	69·921	1·4707	72·159	1·4762	74·361	1·4817	76·528	1·4872	78·662
1·4653	69·962	1·4708	72·199	1·4763	74·401	1·4818	76·567	1·4873	78·700
1·4654	70·003	1·4709	72·240	1·4764	74·441	1·4819	76·607	1·4874	78·739
1·4655	70·044	1·4710	72·280	1·4765	74·480	1·4820	76·646	1·4875	78·787
1·4656	70·085	1·4711	72·320	1·4766	74·520	1·4821	76·685	1·4876	78·816
1·4657	70·126	1·4712	72·361	1·4767	74·560	1·4822	76·724	1·4877	78·854
1·4658	70·167	1·4713	72·401	1·4768	74·599	1·4823	76·763	1·4878	78·892
1·4659	70·208	1·4714	72·441	1·4769	74·639	1·4824	76·802	1·4879	78·931
1·4880	78·969	1·4920	80·497	1·4960	82·007	1·5000	83·500	1·5040	84·976
1·4881	79·008	1·4921	80·534	1·4961	82·044	1·5001	83·537	1·5041	85·013
1·4882	79·046	1·4922	80·572	1·4962	82·082	1·5002	83·574	1·5042	85·049
1·4883	79·084	1·4923	80·610	1·4963	82·119	1·5003	83·611	1·5043	85·086
1·4884	79·123	1·4924	80·648	1·4964	82·157	1·5004	83·648	1·5044	85·123
1·4885	79·161	1·4925	80·686	1·4965	82·194	1·5005	83·685	1·5045	85·159
1·4886	79·199	1·4926	80·724	1·4966	82·232	1·5006	83·722	1·5046	85·196
1·4887	79·238	1·4927	80·762	1·4967	82·269	1·5007	83·759	1·5047	85·233
1·4888	79·276	1·4928	80·800	1·4968	82·307	1·5008	83·796	1·5048	85·269
1·4889	79·314	1·4929	80·838	1·4969	82·344	1·5009	83·833	1·5049	85·306
1·4890	79·353	1·4930	80·876	1·4970	82·381	1·5010	83·870	1·5050	85·343
1·4891	79·391	1·4931	80·913	1·4971	82·419	1·5011	83·907	1·5051	85·379
1·4892	79·429	1·4932	80·951	1·4972	82·456	1·5012	83·944	1·5052	85·416
1·4893	79·468	1·4933	80·989	1·4973	82·494	1·5013	83·981	1·5053	85·452
1·4894	79·506	1·4934	81·027	1·4974	82·531	1·5014	84·018	1·5054	85·489
1·4895	79·544	1·4935	81·065	1·4975	82·569	1·5015	84·055	1·5055	85·525
1·4896	79·582	1·4936	81·103	1·4976	82·606	1·5016	84·092	1·5056	85·562
1·4897	79·620	1·4937	81·140	1·4977	82·643	1·5017	84·129	1·5057	85·598
1·4898	79·659	1·4938	81·178	1·4978	82·671	1·5018	84·166	1·5058	85·635
1·4899	79·697	1·4939	81·216	1·4979	82·718	1·5019	84·203	1·5059	85·672
1·4900	79·735	1·4940	81·254	1·4980	82·755	1·5020	84·240	1·5060	85·708
1·4901	79·773	1·4941	81·291	1·4981	82·793	1·5021	84·277	1·5061	85·744
1·4902	79·811	1·4942	81·329	1·4982	82·830	1·5022	84·314	1·5062	85·781
1·4903	79·850	1·4943	81·367	1·4983	82·867	1·5023	84·351	1·5063	85·817

1-4904	79-888	1-4944	81-405	1-9864	82-905	1-5024	84-388	1-5064	85-854
1-4905	79-926	1-4945	81-442	1-4985	82-942	1-5025	84-424	1-5065	85-890
1-4906	79-964	1-4946	81-480	1-4986	82-979	1-5026	84-461	1-5066	85-927
1-4907	80-002	1-4947	81-518	1-4987	83-016	1-5027	84-498	1-5067	85-963
1-4908	80-040	1-4948	81-555	1-4988	83-054	1-5028	84-535	1-5068	86-000
1-4909	80-078	1-4949	81-593	1-4989	83-091	1-5029	84-572	1-5069	86-036
1-4910	80-116	1-4950	81-631	1-4990	83-128	1-5030	84-609	1-5070	86-072
1-4911	80-154	1-4895	81-668	1-4991	83-165	1-5031	84-645	1-5071	86-109
1-4912	80-192	1-4895	81-706	1-4992	83-202	1-5032	84-682	1-5072	86-145
1-4913	80-231	1-4895	81-744	1-4993	83-240	1-5033	84-719	1-5073	86-182
1-4914	80-269	1-4954	81-781	1-4994	83-277	1-5034	84-756	1-5074	86-218
1-4915	80-307	1-4955	81-819	1-4995	83-314	1-5035	84-792	1-5075	86-254
1-4916	80-345	1-4956	81-856	1-4996	83-351	1-5036	84-829	1-5076	86-291
1-4917	80-383	1-4957	81-894	1-4997	83-388	1-5037	84-866	1-5077	86-327
1-4918	80-424	1-4958	81-932	1-4998	83-425	1-5038	84-903	1-5078	86-363
1-4919	80-459	1-4959	81-969	1-4999	83-463	1-5039	84-939	1-5079	86-399

МЕТОД 4

ИЗМЕРВАНЕ НА РЕДУЦИРАЩИ ЗАХАРИ, ИЗРАЗЕНИ КАТО ИНВЕРТИРАНИ ЗАХАРИ

(Метод на Берлинския институт)

1. Обхват и поле на приложение

По метода се определя съдържанието на редуцираща захар, изразено като инвертирана захар в полу-бяла захар.

2. Определения

„Редуциращи захари, изразени като инвертирани захари”: съдържанието на редуциращи захари, определено по дадения метод.

3. Принцип

Разтворът на пробата, който съдържа редуциращи захари, се използва за редуциране на разтвор на меден II комплекс. Полученият меден окис след това се окислява със стандартен йоден разтвор, като остатъкът се определя чрез обратно титруване със стандартизиран разтвор на натриев тиосулфат.

4. Реактиви

4.1. *Меден II разтвор* (разтвор на Мюлер)

4.1.1. Разтварят се 35 г меден (II) сулфат, пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) в 400 мл кипяща вода. Оставя се да се охлади.

4.1.2. Разтварят се 173 г натриев калиев тетрахидрат (сол на Rochelle или сол на Seignette); ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) и 68 г безводен натриев карбонат в 500 мл кипяща вода. Оставя се да се охлади.

4.1.3. Прехвърлят се двата разтвора (4.1.1 и 4.1.2) в мерителна колба от 1 л и се долива до един литър с вода. Добавят се 2 г активен въглен, разтворът се разклаща, оставя се за няколко часа и се филтрира през плътна филтърна хартия или мембранен филтър.

Ако малки количества меден (I) оксид се появят по време на съхранението, разтворът трябва да се филтрира отново.

4.2. *Разтвор на оцетна киселина* 5 мол/литър.

4.3. *Йоден разтвор* 0-01665 мол/литър (т.е. 0,0333N, 4,2258 г/литър).

4.4. *Разтвор на натриев тиосулфат* 0,0333 мол/литър.

4.5. *Разтвор на нишесте*: към един литър кипяща вода се добавя смес от 5 г разтворимо нишесте, направено на каша, в 30 мл вода. Вари се в продължение на три минути, оставя се да се охлади и се добавя, ако се изисква, 20 мг живачен (II) йодид като консервант.

5. Апаратура

5.1. *Конусовидна колба*, 300 мл; прецизни бюрети и пипети.

5.2. *Водна баня*, кипяща.

6. Процедура

6.1. Претегля се част от пробата (10 г или по-малко), съдържаща не повече от 30 мг инвертирана захар в мерителна колба 300 мл и се разтваря в около 100 мл вода.

Пипетира се 10 мл двувалентен меден разтвор (т. 4.1) в колбата, в която се намира разтворът на пробата. Смесва се съдържанието на колбата чрез разклащане и се поставя в кипящата водна баня (т. 5.2) точно за 10 минути.

Нивото на разтвора в мерителната колба трябва да бъде най-малко 20 мм под нивото на водата във водната баня. Охлажда се колбата бързо в струя студена течаща вода. По време на тази операция разтворът не трябва да се разбърква, тъй като атмосферният кислород ще окисли отново известно количество от утаения меден (I) оксид.

Добавят се 5 мл от оцетната киселина 5 мол/л (т. 4.2) с пипета, без да се разклаща и веднага се добавя излишък (между 20 и 40 мл/ йоден разтвор 0,01665 мол/л (т. 4.3) от бюрета.

Разбърква се, за да се разтвори медната утайка. Титрува се излишният йод спрямо разтвора на натриевия тиосулфат 0,033 мол/л (т. 4.4), като се използва разтворът на нишестето (т. 4.5) като индикатор. Индикаторът се добавя към края на титруването.

6.2. Извършва се празен опит с вода. Той трябва да се проведе с всеки нов меден II разтвор (т. 4.4). Титруването не трябва да превишава 0,1 мл.

6.3. Провежда се контролен опит със захарния разтвор при студени условия. Остава се в покой при стайна температура в продължение на 10 минути, за да се позволи на редуциращите агенти като серен двуокис, които могат да присъстват, да реагират.

7. Изразяване на резултатите

7. 1. Формула и метод на изчисление

Обем на използвания йод = мл йод 0,01665 мол/л добавен в излишък минус мл натриев тиосулфат 0,0333 мол/л, използван при титруването.

Обемът (в мл) използван йод 0,01665 мл/л се коригира чрез изваждане на:

7.1.1. Числото на мл, използвани при празния опит, извършен с вода (т. 6.2.)

7.1.2. Числото на мл, използвани при студения опит със захарен разтвор (т. 6.3).

7.1.3. 2,0 мл за всеки 10 г захароза, присъстващи в използваната аликвотна част или пропорционално количество, когато пробата съдържа по-малко от 10 г захароза (корекция за захароза).

След като се направят тези корекции, всеки мл йоден разтвор (4.3), който е реагирал, съответства на 1 мг инвертирана захар.

Съдържанието на инвертирана захар, като процент от пробата, се дава с формулата:

$$\frac{V_1}{10 \times m_0}$$

където:

V_1 = числото на мл йоден разтвор (т. 4.3) след корекцията,

m_0 = масата, в грамове на използваната проба.

7.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 0,2 г на 100 г от пробата.

МЕТОД 5

ИЗМЕРВАНЕ НА РЕДУЦИРАЩИ ЗАХАРИ, ИЗРАЗЕНИ КАТО ИНВЕРТИРАНИ ЗАХАРИ

(Метод на Найт и Алън)

1. Обхват и област на приложение

По метода се определя съдържанието на редуцираща захар, изразено като инвертирана захар, в:

- захар или бяла захар,
- рафинирана бяла захар.

2. Определение

„Редуциращи захари, изразени като инвертирани захари”: съдържанието на редуциращи захари, определено по посочения метод.

3. Принцип

Добавя се двувалентен меден реагент в излишък към разтвора на пробата, редуцира се и нередуцираната част се титрува обратно с разтвор EDTA.

4. Реактиви

4.1. *Разтвор на етилен диамин тетра-оцетна киселина* (двунатриева сол/ EDTA) 0,0025 мол/литър: се разтваря 0,930 г EDTA във вода и се долива до един литър с вода.

4.2. *Разтвор на мурексид индикатор*: добавя се 0,25 г мурексид към 50 мл вода и се смесва с 20 мл воден разтвор на метилен блу.

4.3. *Алкален меден реактив* : разтваря се 25 г безводен натриев карбонат и 25 г калиев натриев тартарат тетрахидрат в около 600 мл вода, съдържаща 40 мл натриев хидроксид 1,0 мол/л. Разтваря се 6,0 г меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) в около 100 мл вода и се добавя към тартаратния разтвор. Разрежда се до един литър с вода.

Забележка: разтворът има ограничена трайност (една седмица).

4.4. *Стандартен разтвор на инвертирана захар*: Разтваря се 23,750 г чиста захароза (т. 4.5) в около 120 мл вода в градуирана колба, добавя се 9 мл солна киселина ($\zeta = 1,16$) и се оставя в покой осем дни при стайна температура. Долива се разтвора до 250 мл и се проверява дали е приключила хидролизата с поляриметър или измервател на захароза, отчитащи в тръба с дължина 200 мм. Показанието трябва да бъде $11,80^0 \pm 0,05^0\text{S}$ (вижте забележка 8). Пипетират се 200 мл от този разтвор в градуирана колба от 2000 мл. Разрежда се с вода и като се разклаща (за да се избегне прекомерна локална алкалност), се добавя 71,4 мл разтвор на натриев хидроксид (1 мол/литър), в който е разтворена 4 г бензолна киселина. Долива се до 2000 мл, за да се получи разтвор на инвертирана захар 1г/100мл. Този разтвор трябва има рН приблизително 3.

Този стабилен концентриран разтвор трябва да се разрежда само непосредствено преди употреба.

4.5 *Чиста захароза*: проба от чиста захароза със съдържание на инвертирана захар не повече от 0,001 г/100 г.

5. Апаратура

5.1. *Епруветки*, 150 x 20 мм.

5.2. *Порцеланов изпарител (тигел)*.

5.3. *Аналитични везни*, с точност до 0,1 мг.

6. Процедура

6.1. Разтварят се 5 г от пробата от захарта в 5 мл студена вода в епруетка (т. 5.1). Добавя се 2,0 мл от медния реактив (т. 4.3) и се смесват. Потопя се епруетката в кипящата водна баня за 5 минути и след това се охлажда в студена вода.

6.2. Прехвърля се количествено разтворът от епруветката в порцелановия изпарител (т. 5.2), като се използва колкото е възможно по-малко вода, добавят се три капки от индикатора (т. 4.2) и се титрува с разтвор на EDTA (т. 4.1). V_0 е количеството на EDTA в мл, използвано за титруване.

Точно преди крайната точка цветът на разтвора се променя от зелен през сив към пурпурен в крайната точка. Пурпурният цвят ще изчезне бавно, поради окисляването на медния оксид до меден двуокис със скорост, зависеща от концентрацията на наличната редуцирана мед. Поради това крайната точка на титруване се достига сравнително бързо.

6.3. Построява се калибровъчна крива чрез добавяне на известни количества инвертирана захар (като се разрежда по подходящ начин разтвор по т. 4.4) до 5 г чиста захароза (т. 4.5) и се добавя достатъчно количество студена вода, така че се добавя общо 5 мл от разтвора. Отбелязват се на графиката титруваните обеми (в мл) спрямо процента на добавената инвертирана захар, добавена към 5-те грама захароза: получената графика е права линия в обхвата 0,001 до 0,019 г/100 г инвертирана захар/100 г на проба.

7. Изразяване на резултатите

7. 1. Метод на изчисление

Отчита се на калибровъчната крива процентът на инвертирана захар, съответстващ на стойността V_0 мл EDTA, определена при анализиране на пробата.

7.2. Когато се очаква концентрация по-голяма от 0,017 инвертирана захар/100 г проба в пробата, която ще се анализира, размерът на пробата, който се взема, съгласно процедурата (т. 6.1), трябва да се намали по подходящ начин, а пробата за анализ да се допълни до 5 г с чиста захароза (т. 4.5).

7.3. Повторяемост

Разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 0,005 г на 100 г от пробата.

8. Забележка

Разделя се на 2,889, за да се превърне $^{\circ}\text{S}$ в поляриметрични дъгови градуси (прецизни тръби от 200 мм; светлинен източник, състоящ се от натриева лампа; инструментът трябва да се инсталира в стая, където температурата може да се поддържа близо до 20°C).

МЕТОД 6

ИЗМЕРВАНЕ НА РЕДУЦИРАЩИ ЗАХАРИ, ИЗРАЗЕНИ КАТО ИНВЕРТИРАНИ ЗАХАРИ ИЛИ ДЕКСТРОЗЕН ЕКВИВАЛЕНТ

(Метод на Лъф-Скурл)

1. Обхват и област на приложение

По метода се определя:

- 1.1. Съдържанието на редуциращи захари, изразени като инвертирана захар, в:
 - разтвор на захар,
 - разтвор на бяла захар,
 - разтвор на инвертирана захар,
 - разтвор на бяла инвертирана захар,
 - инвертиран захарен сироп,
 - сироп от бяла инвертирана захар.
- 1.2. Съдържанието на редуцираща захар, изразено или изчислено (на сухото вещество), като дектрозен еквивалент, в:
 - глюкозен сироп,
 - сироп от изсушена глюкоза
- 1.3. Съдържанието на редуцираща захар, изразена като D-глюкоза, в:
 - дектрозен монохидрат,
 - декстрога безводна.

2. Определение

„Редуциращи захари, изразени като инвертирани и захари, D-глюкоза или дектрозен еквивалент”: съдържанието на редуциращи захари, изразени като инвертирани захари, D-глюкоза или дектрозен еквивалент, определени по дадения метод.

3. Принцип

Редуциращите захари в пробата (избистрени, ако е необходимо) се нагряват до точката на кипене при стандартизирани условия с меден II разтвор, който частично се редуцира до мед I. След това излишната мед II се определя йодометрично.

4. Реактиви

4.1. *Разтвор на Карез I:* разтваря се 21,95 г цинков ацетат дихидрат ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (или 24 г цинков ацетат трихидрат ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) и 3 мл ледена оцетна киселина във вода и се долива до 100 мл вода.

4.2. *Разтвор на Карез II:* разтваря се 10,6 г калиев хексацианоферат $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ във вода и се долива до 100 мл вода.

4.3. *Реактив на Лъф-Скурл:* приготвят се следните разтвори:

4.3.1. Меден II сулфатен разтвор: разтварят се 25 г несъдържащо желязо меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) в 100 мл вода.

4.3.2. Разтвор на лимонена киселина: разтваря се 50 г монохидрат на лимонената киселина в 50 мл вода.

4.3.3. Разтвор на натриев карбонат: разтваря се 143,8 г безводен натриев карбонат в около 300 мл топла вода и се оставя да се охлади.

4.3.4. Добавя се разтворът на лимонената киселина (т. 4.3.2) към разтвора на натриевия карбонат (т. 4.3.3) в мерителна колба от един литър, като се разклаща леко. Разклаща се, докато отделянето на газове спре и след това се добавя разтвора на меден II сулфат (4.3.1) и се долива до 1000 мл с вода. Оставя се разтворът в покой през нощта и след това се филтрира, ако е необходимо. Проверява се моларността на така получения реактив по метода, описан в т. 6.1 (Cu 0,1 мол/литър; NaCO_3 1 мол/литър).

4.4. *Разтвор на натриев тиосулфат*, 0,1 мол/литър.

4.5. *Разтвор на нишесте:* към един литър кипяща вода се добавя смес от 5 г разтворимо нишесте, направено на каша, в 30 мл вода. Вари се в продължение на три минути, оставя се да се охлади и се добавя, ако се изисква, 10 мг живачен II йодид като консервант.

4.6. *Сярна киселина*, 3 мол/литър.

4.7. *Разтвор на калиев йодид, 30% (м/о).*

4.8. *Пемза на парченца, варени в солна киселина, измити напълно от киселината с вода и след това изсушени.*

4.9. *Изопентанол*

4.10. *Натриев хидроксид, 0,1 мол/литър.*

4.11. *Солна киселина, 0,1 мол/литър.*

4.12. *Фенолфталинов разтвор, 1% (м/о) в етанол*

5. Апаратура

5.1. *Конусовидна колба с обратен хладник.*

5.2. *Хронометър.*

6. Процедура

6.1. *Стандартизиране на реактива на Лъф-Скурл (т. 4.3)*

6.1.1. Към 25 мл от реактива на Лъф-Скурл (т. 4.3) се добавя 3 г калиев йодид и 25 мл сярна киселина 3мол/литър (т. 4.6).

Титрува се с натриев тиосулфат 0,1 мол/л (4.4), като се използва разтворът на нишестето (т. 4.5) като индикатор, добавен към края на титруването. Ако обемът на използвания натриев тиосулфат 0,1 мол/л не е 25 мл, реактивът трябва да се освежи.

6.1.2. Пипетира се 10 мл от реактива в мерителна колба от 100 мл и се разрежда до обема с вода. Пипетират се 10 мл от разрежения реактив в 25 мл солна киселина 0,1 мол/л (т. 4.11) в конусовидна колба и се загрява в продължение на един час в кипяща водна баня. Охлажда се, долива се до оригиналния обем с прясна вряла вода и се титрува с натриев хидроксид 0,1 мол/л (т. 4.10), като се използва фенолфталина (т. 4.12) за индикатор.

Обемът на използвания натриев хидроксид (т. 4.10) трябва да бъде между 5.5 и 6.5 мл.

6.1.3. Титруват се 10 мл от разредения реактив (т. 6.1.2) със солна киселина 0,1 мол/л (т. 4.11), като се използва фенолфталинът (т. 4.12) за индикатор. Крайната точка се характеризира с изчезването на виолетовия цвят.

Обемът на използвания натриев хидроксид (т. 4.10) трябва да бъде между 6,0 и 75 мл.

6.1.4. рН на реактива на Лъф-Скурл трябва да бъде между 9,3 и 9,4 при 20°C.

6.2. Приготвяне на разтвора

6.2.1. Претеглят се с точност 1 мг 5 г от пробата и се прехвърля количествено в мерителна колба от 250 мл с 250 мл вода. Избистря се, ако е необходимо, като се добавя 5 мл разтвор на *Карез I* (т. 4.1), последван от 5 мл разтвор на *Карез II* (т. 4.2). Разклаща се след всяко добавяне. Долива се до 250 мл вода. Разклаща се добре. Ако е необходимо, се филтрира.

6.2.2. Разрежда се разтворът (т. 6.2.1), така че 25 мл от разтвора да съдържа не по-малко от 60 мг редуциращи захари, изразени като глюкоза.

6.3. Титруване по метода Лъф-Скурл

Пипетират се 25 мл от реактива на Лъф-Скурл (т. 4.3) в конусовидна колба 300 мл (т. 5.1). Пипетира се 25 мл от захарния разтвор (т. 6.2.2) в конусовидната колба и се слагат две пемзени парченца (т. 4.8). Поставя се обратният хладник на конусовидната колба (т. 5.1) и веднага се поставя апаратът върху азбестова мрежа над бунзенова горелка. Горелката трябва да има дупка в азбестовата част със същия диаметър като основата на колбата. Нагрива се течността до точката на кипене за около две минути и кипенето продължава бавно в продължение точно на 10 минути. Охлажда се незабавно в студена вода и след пет минути се титрува, както следва:

Добавя се 10 мл от разтвора на калиевия йодид (т. 4.7), след това незабавно се добавя внимателно (поради отделяне на газове) 25 мл сярна киселина 3 мол/л (т. 4.6). Титрува се с разтвор на натриев тиосулфат 0,1 мол/л (т. 4.4), докато разтворът е почти безцветен, след това се добавят няколко милилитра от разтвора на нишестето (т. 4.5) като индикатор и се продължава титруването до изчезване на синия цвят.

Извършва се контролен тест, като се използва 25 мл вода на мястото на 25 мл захарен разтвор (т. 6.2.2).

7. Изразяване на резултатите

7. 1. Формула и метод на изчисление

От таблицата по-долу се намира (ако е необходимо, като се интерполира) теглото на глюкозата или на инвертираната захар в мг, която съответства на разликата между отчитанията на двете титрувания, изразени в мл натриев тиосулфат 0,1 мол/литър.

Изразява се резултатът, превърнат в инвертирана захар или D-глюкоза като процент (м/м), сухо вещество.

7.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две титрувания, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 0, 2 мл.

8. Забележка

Може да се добави около 1 ml изопентанол (т. 4.9) преди окисляването със сярна киселина, с цел да се избегне образуването на пяна.

Таблица на стойностите съгласно реактива на Лъф-Скурл

0,1 мол/литър NaS_2O_3	Глюкоза, фруктоза, инвертирани захари $\text{C}_4\text{H}_{12}\text{O}_6$	
мл	мг	разлика
1	2,4	
2	4,8	2,4
3	7,2	2,4
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,6

12	30,3	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,8
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	3,0
21	56,0	3,0
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

МЕТОД 7

ИЗМЕРВАНЕ НА РЕДУЦИРАЩИ ЗАХАРИ, ИЗРАЗЕНИ КАТО ИНВЕРТИРАНА ЗАХАР

(обемна модификация на константа на Лейн и Ейнън)

1. Обхват и област на приложение

По метода се определя съдържанието на редуциращи захари, изразено като инвертирана захар, в:

- разтвор на захар,
- разтвор на бяла захар,
- разтвор на инвертирана захар,
- разтвор на бяла инвертирана захар,
- инвертиран захарен сироп,
- сироп от бяла инвертирана захар.

2. Определение

„Редуциращи захари, изразени като инвертирани захари”: съдържанието на редуциращи захари, изразени като инвертирани захари, определени по посочения метод.

3. Принцип

Разтворът на пробата се титрува при точката на кипене спрямо определен обем на разтвор на Фелинг, като се използва син метилен като вътрешен индикатор.

4. Реактиви

4.1. *Разтвор на Фелинг:*

4.1.1. Разтвор А:

Разтваря се 69,3 г меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) във вода и се долива до 1000 мл.

4.1.2. Разтвор Б:

Разтваря се 346,0 г двоен натриев калиев тартарат тетрахидрат ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) с 100 г натриев хидроксид във вода и се долива до 1000 мл. Бистрият разтвор трябва да се декантира от седименти, които понякога могат да се образуват.

Забележка:

Тези два разтвора трябва да се съхраняват в бутилки от кафяво или янтарно стъкло.

4.2. *Разтвор на натриев хидроксид, 1 мол/л.*

4.3. *Стандартен разтвор на инвертирана захар:* Разтварят се 23,750 г чиста захароза в около 120 мл вода в градуирана колба, добавя се 9 мл солна киселина ($\zeta = 1,16$) и се оставя в покой осем дни при стайна температура. Долива се разтвора до 250 мл и се проверява дали е завършила хидролизата с поляриметър или измервател на захароза, отчитащи в тръба от 200 мм. Показанието трябва да бъде $11,80^0 \pm 0,05^0\text{S}$ (виж Забележка 8). Пипетира се 200 мл от този разтвор в градуирана колба от 2000 мл. Разрежда се с вода и докато се разклаща (за да се избегне излишна локална алкалност), се добавя 71,4 мл разтвор на натриев хидроксид (1 мол/литър) (4.2), в който е разтворена 4 г бензолна киселина. Долива се е до 2000 мл, за да се получи разтворът на инвертирана захар 1г/100мл. Този разтвор трябва има рН приблизително 3.

Този стабилен концентриран разтвор трябва да се разрежда само непосредствено преди употреба.

За да се направи разтвор на инвертирана захар 0,25 г/100 мл, се напълва градуирана колба от 250 мл до отметката с изходния инвертиран разтвор 1 г/100 мл при 20°C. Измива се съдържанието на тази колба в градуирана колба от 1000 мл и се разрежда до отметката с вода отново при 20°C.

4.4. *Разтвор на син метилен*, 1 г/100 мл.

5. Апаратура

5.1 *Лабораторни колби с тясно гърло за изваряване*, от 500 мл.

5.2. *Бюрета*, 50 мл, с кранче и накрайник, градуирана на 0,05 мл.

5.3. *Пипети*, градуирани на 20, 25 и 50 мл.

5.4. *Обемни мерителни колби с една отметка* от 250, 1000 и 2000 мл.

5.5. *Подгряващо устройство*, подходящо за поддържане на кипене съгласно условията, описани в т. 6.1, които позволяват наблюдаването на промяната на цвета в крайната точка, без да е необходимо да се отстранява кипящата колба (т. 5.1) от източника на топлина.

5.6. *Хронометър*, показващ поне в рамките на една секунда.

6. Процедура

6.1. *Стандартизиране на разтвора на Фелинг*

6.1.1. Пипетира се 50 мл от разтвор Б (т. 4.1.2) и след това 50 мл от разтвор А (т. 4.1.1) в чиста суха бехерова чаша и се смесват добре.

6.1.2. Изплаква се и се напълва бюретата с 0,25% разтвор на инвертирана захар (0,25 г/100мл) (т. 4.3).

6.1.3. Пипетира се 20 мл аликвотна част от смесените разтвори А и Б (т. 6.1.1) в колба за изваряване от 500 мл (т. 5.1). Добавя се в колбата 15 мл вода. Излива се, от бюретата 39 мл разтвор на инвертирана захар, добавя се малко количество гранули против кипене с енергично отделяне на пара (с подскачане на съда) и се смесва съдържанието на колбата с леко разклащане.

6.1.4. Нагрява се колбата и съдържанието до кипене и се оставя да ври точно две минути; колбата не трябва да се отстранява от източника на топлина по време на останалата част от процедурата, нито да спре кипенето.

Добавят се три или четири капки разтвор на син метилен (т. 4.4) в края на двуминутното кипене; разтворът трябва да има определен син цвят.

6.1.5. Продължава се стандартизирането чрез добавяне от бюретата на стандартен разтвор на инвертирана захар на малки порции, първоначално 0,2 мл; след това 0,1 мл и накрая на единични капки до достигане до крайната точка. Тя се определя с изчезването на синия цвят, отделян от синия метилен. Тогава разтворът трябва да стане червеникав, дължащ се на суспензията на меден I окис .

6.1.6. Крайната точка трябва да се достигне в края на трите минути от момента, когато разтворът започва да кипи. Крайният титър V_0 трябва да е между 39,0 и 41,0 мл. Ако V_0 е извън тези граници, се коригира концентрацията на мед в разтвора на Фелинг (т. 4.1.1) и се повтаря процесът на стандартизация.

6.2. Приготвяне на разтвори на пробата

Концентрацията на разтвора за изпитване на пробата трябва да бъде такава, че да съдържа между 250 и 400 мг инвертирана захар на 100 мл.

6.3. Предварителен опит

6.3.1. Трябва да се извърши предварителен опит, за да може количеството вода, което следва да се добави към 20 мл на смесените разтвори А и Б, да бъде достатъчно, за да се гарантира получаването на краен обем от 75 мл след титруването.

Извършва се същата процедура, описана в т. 6.1.4, с изключение на това, че вместо стандартния разтвор на инвертирана захар се използва разтвор на пробата, т.е. 25 мл от разтвора на пробата се излива в колбата от бюретата.

Добавя се 15 г вода и разтворът се оставя да кипи две минути и след това се титрува до достигане на крайната точка, както е описано в т. 6.1.5.

6.3.2. Ако след добавянето на разтвора на син метилен, червеникавият цвят е устойчив, използваният разтвор на пробата е твърде концентриран. В този случай опитът не се зачита, а се повтаря, като се използва разтвор с по-малка концентрация.

Ако са необходими повече от 50 мл от разтвора на пробата, за да се получи червеникав цвят, трябва да се използва разтвор на пробата с по-голяма концентрация.

Изчислява се количеството вода, което трябва да се добави, като се извадят обемите на смесените разтвори на Фелинг (20 мл) и на разтвора на пробата от 75 мл.

6.4. Последен анализ на разтвора на пробата

6.4.1. Пипетира се в колба за изваряване 20 мл от смесения разтвор на Фелинг и количеството вода, определено в т. 6.3.

6.4.2. Прибавя се от бюретата наблюдаваният титър на разтвора на пробата (както е определен т. 6.3), намален с 1 мл. Добавят се малко гранули против кипене с енергично отделяне на пара, смесва се съдържанието на колбата чрез леко разклащане, кипва се колбата, съдържанието и титрата, както преди това (т. 6.3). Крайната точка трябва да се достигне за една минута от времето на добавяне на разтвора на син метилен. Крайният титър = V_1 .

7. Изразяване на резултатите

7. 1. Формула и метод на изчисление

Съдържанието на редуциращи захари на пробата, изчислени като инвертирана захар, се получава от:

% редуциращи захари (като инвертирана захар) =

$$\frac{V_0 \times 25 \times f}{C \times V_1}$$

където:

C = концентрацията на разтвора на изпитваната проба в г на 100 мл.

V_0 = обемът в мл на стандартния инвертиран разтвор, използван при стандартизационното титруване,

V_1 = обемът в мл на разтвора на изпитваната проба, използван при точния анализ в т. 6.4.2,

f = корекционен коефициент, който отчита концентрацията на захароза в разтвора на изпитваната проба. Стойностите са показани в таблицата по-долу:

Захароза (грама в кипяща смес)	Корекционен коефициент f
0	1.000
0,5	0,982

1,0	0,971
1,5	0,962,
2,0	0,954
2,5	0,946
3,0	0,939
3,5	0,932
4,0	0,926
4,5	0,920
5,0	0,915
5,5	0,910
6,0	0,904
6,5	0,898
7,0	0,893
7,5	0,888
8,0	0,883
8,5	0,878
9,0	0,874
9,5	0,869
10,0	0, 64

Корекциите за различните съдържания на захароза на разтвора на изпитваната проба могат да се изчислят от таблицата чрез интерполация.

Забележка:

Приблизителната концентрация на захароза може да се намери чрез изваждане на концентрацията на разтворените твърди вещества, която се дължи на инвертирана захар (f е оценен за целите на това изчисление на 1,0), от общата концентрация на разтворени твърди вещества, изразени като захароза, получена от коефициента на пречупване, използвайки Метод 3 от този документ.

7.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 1,0% от тяхното средно аритметично.

8. Забележка

Разделя се на 2,889, за да превърне $^{\circ}\text{S}$ в поляриметрични дъгови градуси (прецизни тръби от 200 мм); светлинен източник, състоящ се от натриева лампа, инструментът трябва да се инсталира в стая, където температурата може да се поддържа близо до 20 $^{\circ}\text{C}$).

МЕТОД 8

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ДЕКСТРОЗНИЯ ЕКВИВАЛЕНТ

(константа на Лейн и Ейнън)

2. . *Обхват и област на приложение*

По този метод се определя декстрозен еквивалент на:

- глюкозен сироп,
- сироп от изсушена глюкоза,
- декстрозен монохидрат,
- декстроза безводна.

2. . **Определения**

2.1. „Редуцираща способност: съдържанието на редуцираща захар, определено по посочения метод, изразено по отношение на безводна декстроза (D-глюкоза) и изчислено като процент от масата на пробата.

2.2. „Декстрозен еквивалент”: редуциращата способност, изчислена като процент от масата на сухото вещество в пробата.

3. Принцип

Изпитваният разтвор се титрува при температурата на кипене спрямо специфициран обем на смесен разтвор на Фелинг при точно определени условия, като се използва син метилен за вътрешен индикатор.

4. Реактиви

4.1. Разтвор на Фелинг:

4.1.1. Разтвор А:

Разтваря се 69,3 г меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) във вода и се долива до обема в мерителна колба 1000 мл.

4.1.2. Разтвор Б:

Разтваря се 346,0 г двоен натриев калиев тартарат тетрахидрат ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) и 100 г натриев хидроксид във вода. Долива се до отметката в мерителна колба 1000 мл. Бистрият разтвор се декантира от седименти, които могат да се образуват периодично.

Забележка:

Тези два разтвора (т. 4.1.1 и т. 4.1.2) трябва да се съхраняват в бутилки от кафяво или янтарно стъкло.

4.1.3. Приготвяне на смесен разтвор на Фелинг

Пипетират се 50 мл от разтвор Б (т. 4.1.2) и след това 50 мл от разтвор А (т. 4.1.1) в чиста суха бехерова чаша и се смесват добре.

Забележка:

Смесеният разтвор на Фелинг не трябва да се съхранява, а да се еталонира всеки ден преди използване и да се стандартизира (т. 6.1).

4.2. Безводна декстроза (D-глюкоза) ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)

Този материал трябва да се изсуши преди използване в продължение на четири часа във вакуумна пещ при $100 \pm 1^{\circ}\text{C}$ или по-малко и вътрешно налягане от приблизително 10 кРа (103 mbar).

4.3. *Стандартен разтвор на декстроза, 0,600 г/100 мл*

Претегля се с точност 0,1 мг 0,6 г безводна декстроза (т. 4.2), разтваря се във вода, прехвърля се разтвора количествено в мерителна колба от 100 мл (т. 5.4), разрежда се до отметката и се смесва.

Този разтвор трябва да се приготвя нов за всеки ден на използване.

4.4. *Разтвор на син метилен, 0,1 г/100 мл*

Разтваря се 0,1 г син метилен в 100 мл вода.

5. Апаратура

5.1 *Лабораторни колби с тясно гърло за изваряване, 250 мл.*

5.2 *Бюрета, 50 мл, с кранче и накрайник, градуирана до 0,05 мл.*

5.3. *Пипети с една отметка, 25 и 50 мл.*

5.4. *Обемни мерителни колби с една отметка, 100 и 500 мл.*

5.5. *Подгряващо устройство*, подходящо за поддържане на кипенето съгласно условията, описани в т. 6.1, които позволяват наблюдаването на промяната на цвета в крайната точка, без да е необходимо да се отстранява кипящата колба (т. 5.1) от източника на топлина (виж т. 6.1, Забележка 3).

5.6. *Хронометър*, показващ поне до най-близката секунда.

6. Процедура

6.1. Стандартизиране на разтвора на Фелинг

6.1.1. Пипетират се 25 мл от разтвора на Фелинг (т. 4.1.3) в чиста, суха колба за изваряване.

6.1.2. Напълва се бюретата (т. 5.2) със стандартен декстрозен разтвор (т. 4.3) и се коригира менискусът на нулевата отметка.

6.1.3. Прелива се в колбата за изваряване (т. 5.1) от бюретата 18 мл стандартен декстрозен разтвор (т. 4.3). Разклаща се колбата, за да се смеси съдържанието.

6.1.4. Поставя се колбата за изваряване на подгряващото устройство (т. 5.5), настроено преди това, така че кипенето да започне след 120 ± 15 секунди.

Подгряващото устройство не трябва повече да се настройва през целия процес на титруване (виж забележка 1).

6.1.5. Когато започне кипенето, се пуска хронометърът от нула.

6.1.6. Кипва се съдържанието на колбата за 120 секунди, измерени с хронометъра.

Добавя се 1 мл от разтвора на син метилен (т. 4.4) към края на този период.

6.1.7. След като кипенето е продължило 120 секунди (измерени с хронометъра), започва се добавянето на стандартния декстрозен разтвор в кипящата колба (т. 5.1) от бюретата (т. 6.1.2) на малки количества от 0,5 мл, докато цветът на синия метилен изчезне (вижте забележки 2 и 3).

Записва се общото количество на добавения стандартен декстрозен разтвор, включително предпоследното добавено количество от 0,5 мл (X мл).

6.1.8. Повтарят се т. 6.1.1. и т. 6.1.2.

6.1.9. Прелива се в кипящата колба (т. 5.1.) от бюретата обем стандартен декстрозен разтвор равен на $(X - 0,3)$ мл.

6.1.10. Повтарят се т. 6.1.4, т. 6.1.5 и т. 6.1.6.

6.1.11. След като кипенето е продължило 120 секунди (измерени с хронометъра), започва да се добавя в кипящата колба (т. 5.1) стандартен декстрозен разтвор от бюретата, първоначално на малки количества от 0,2 мл и накрая на капки, докато цветът на синия метилен изчезне.

Към края на това действие времето между две последователни добавяния на стандартен декстрозен разтвор трябва бъде 10 до 15 секунди.

Тези добавяния трябва да завършат в рамките на 60 секунди, което прави общото време на кипене не-дълго от 180 секунди.

За да се постигне това, може да е необходимо трето титруване с малко по-голямо, подходящо коригирано, първоначално добавяне на стандартен декстрозен разтвор.

6.1.12. Записва се обемът (V_0 мл) на стандартен декстрозен разтвор, използван до крайната точка на финалното титруване (виж забележка 4).

6.1.13. V_0 трябва да е между 19,0 и 21,0 мл. от стандартния декстрозен разтвор

Ако V_0 е извън тези граници, коригира се концентрацията на разтвора А на Фелинг (т. 4.1.1) по подходящ начин и се повтаря процесът на стандартизация.

6.1.14. При всекидневна стандартизация на смесен разтвор на Фелинг, тъй като V_0 е известна с точност, е необходимо само едно титруване, като се използва първоначално добавяне ($V_0 - 0,5$) мл стандартен декстрозен разтвор.

Забележка 1:

Необходимо е, след като кипенето вече е започнало, отделянето на пара да е енергично и непрекъснато през целия процес на титруване, като по този начин се предотвратява в максимална възможна степен влизането на въздух в колбата за титруване с последващо повторно окисляване на нейното съдържание.

Забележка 2:

Изчезването на цвета на синия метилен най-добре се вижда чрез наблюдаване на горните слоеве и менискуса на съдържанията на колбата за титруване, тъй като те ще са относително освободени от твърда фаза червен меден I окис. Изчезването на цвета се вижда по-лесно, когато се използва непряка светлина. Полезно е да се постави бял екран зад колбата за титруване.

Забележка 3:

Бюретата трябва да бъде изолирана по време на определянето, колкото е възможно по-добре, от източника на топлина.

Забележка 4:

Тъй като винаги трябва да се отчита субективният фактор, всеки оператор трябва да осъществява свое стандартизационно титруване и да използва своя стойност на V_0 при изчисленията (т. 7.1).

6.1. *Предварително изследване на приготвената проба*

6.2.1. Освен ако редуциращата способност (т. 2. 1) на приготвената проба не е известна приблизително, необходимо е да се извърши предварително изпитване, за да се получи приблизителна стойност за нея, и да може да се изчисли масата на частта за изпитване (т. 6.3).

Изследването се провежда по следния начин:

6.2.2.. Приготвя се разтвор 2% м/о на пробата, като „Z” има изчислена стойност.

6.2.3. Както т. 6.1.2, използвайки разтвора на пробата (т. 6.2.2) вместо стандартен декстрозен разтвор.

6.2.4. Като т. 6.1.1.

6.2.5. Като т. 6.1.3, използвайки 10,0 мл от разтвора на пробата вместо 18,0 мл стандартен декстрозен разтвор.

6.2.6. Като т. 6.1.4.

6.2.7. Нагрява се съдържанието на колбата до кипене. Добавя се 1 мл разтвор на син метилен (т. 4.4).

6.2.8. Веднага след започване на кипенето, се включва хронометър (т. 5.6) от нулата и се започва добавянето в колбата от бюретата на малки количества от 1,0 мл на интервали от приблизително 10 секунди до изчезването на синия цвят на синия метилен.

Записва се общият обем на добавения разтвор на пробата до и включително предпоследното добавяне (Y мл).

6.2.9. „Y” не трябва да превишава 50 мл. Ако превишава, увеличава се концентрацията на разтвора на пробата и се повтаря титруването.

6.2.10. Приблизителната редуцираща способност на приготвената проба в процент от масата се изчислява чрез:

$$\frac{60 \times V_0}{Y \times Z}$$

6.3. Част за анализиране

Претегля се с точност до 0,1 мг част от приготвената проба (мг), която съдържа между 2,85 и 3,15 г редуциращи захари, изразени като безводна декстроза (D-глюкоза), като се използва в изчислението или приблизителното число, известно за редуциращата способност (т. 2.1.) или приблизителното число, получено в т. 6.2.10.

6.4. Разтвор за анализ

Разтворя се частта за анализ във вода и се долива до 500 мл в мерителна колба.

6.5. Определяне

6.5.1. Като т. 6.1.1.

6.5.2. Напълва се бюретата (т. 5.2) с разтвора за анализ (т. 6.4) и се коригира менискуът до нулевата отметка.

6.5.3. Излива се в кипящата колба от бюретата 18,6 мл разтвор за анализ. Разклаща се колбата, за да се смеси съдържанието.

6.5.4.. Като т. 6.1.4.

6.5.5. Като т. 6.1.5.

6.5.6. Като т. 6.1.6.

6.5.7. Като т. 6.1.7, използвайки разтвор за анализ вместо стандартен декстрозен разтвор.

6.5.8. Като т. 6.1.8.

6.5.9. Като т. 6.1.9, използвайки разтвор за анализ вместо стандартен декстрозен разтвор.

6.5.10. Като т. 6.1.10.

6.5.11. Като т. 6.1.11, използвайки разтвор за анализ вместо стандартен декстрозен разтвор.

6.5.12. Записва се обемът (V_1) на разтвора за анализ, използван до крайната точка на последното титруване.

6.5.13. V_1 трябва да е между 19,0 и 21,0 мл.

Ако V_1 е извън тези граници, коригира се концентрацията в разтвора за изпитване по подходящ начин и се повтарят т. 6.5.1 до т. 6.5.12.

6.5.14 . Извършват се две определяния на същия разтвор за анализ.

6.6. Съдържание на сухо вещество

Определя се съдържанието на сухо вещество на приготвената проба по Метод 2.

7. Изразяване на резултатите

7. 1. *Формула и метод на изчисление*

7.1.1. Редуцираща способност

Редуциращата способност, изчислена като процент от масата на приготвената проба, се изчислява чрез:

$$\frac{300 \times V_0}{V_1 \times M}$$

където:

V_0 = обемът, в мл, на стандартен декстрозен разтвор (т. 4.3), използван при стандартизационното титруване (т. 6.1),

V_1 = обемът, в мл, на разтвора за анализ (т. 6.4), използван при определящото титруване (т. 6.5),

M = масата, в грамове, на частта за анализ (т. 6.4), използвана за приготвянето на 500 мл разтвор за анализ.

7.1.2. Декстрозен еквивалент

Декстрозен еквивалент, изчислен като процент от масата на сухото вещество в приготвената проба, се изчислява с формулата:

$$\frac{RP \times 100}{D}$$

Където:

RP = редуциращата способност, изчислена като процент от масата на приготвената проба (т. 7.1.1),

D = съдържание на сухо вещество на приготвената проба като процент от масата.

7.1.3. Взяма се за резултат средното аритметично на двете определяния, при условие че изискването относно повторяемост (т. 7.2) е удовлетворено.

7.2. *Повторяемост*

Разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 1,0 % от тяхното средно аритметично.

МЕТОД 9

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СУЛФАТНА ПЕПЕЛ

1. Обхват и област на приложение

По този метод се определя съдържанието на сулфатна пепел в:

- глюкозен сироп,
- сироп от изсушена глюкоза,
- декстрозен монохидрат,
- декстроза безводна.

2. Определение

„Съдържание на сулфатна пепел”: съдържанието на сулфатна пепел, определено по дадения метод.

3. Принцип

Остатъчната маса на частта за анализиране се определя след изгаряне в окисляваща атмосфера при 525⁰С в присъствието на сярна киселина и се изчислява като процент от масата на пробата.

4. Реактиви

4.1. *Сярна киселина*, разреден разтвор: бавно и внимателно се добавят 100 мл концентрирана сярна киселина (плътност при 20⁰С = 1,84 г/мл; 96% м/м) към 300 мл вода, като се разбърква и охлажда.

5. Апаратура

5.1. *Електрическа муфелна пещ*, оборудвана с пирометър и която може да работи при температура 525 ± 25⁰С.

5.2. *Аналитична везна*, точност до 0,1 мг.

5.3. *Тигел за изгаряне до пепел*, от платина или кварц с подходящ обем

5.4. *Десикатор*, съдържащ прясно активиран силикагел или еквивалентен десикант с индикатор за водно съдържание.

6. Процедура

Загрява се тигелът (т. 5.3) до температурата на изгаряне, охлажда се в десикатора и се претегля. Точно се претегля до най-близкия 0,1 мг. 5 г сироп от глюкоза или сироп от изсушена глюкоза, или 10 г декстрозен монохидрат или безводна декстроза, в тигела.

Добавят се 5 мл от разтвора на сяряната киселина (т. 4.1) (вижте забележка 8.1) и внимателно се загрява пробата в тигела над пламък или върху котлон до пълното ѝ карбонизиране. Този процес на карбонизиране, при който се възпламеняват парите от пробата (виж забележка 8.2), трябва да се извършва във вентилационен шкаф.

Поставя се тигелът (т. 5.3) в муфелната пещ (т. 5.1), нагрята до $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$, докато се получи бяла пепел. Това обикновено отнема два часа (виж забележка 8.3.).

Оставя се пробата да се охлади за около 30 минути в десикатор (т. 5.4) и след това се претегля.

7. Изразяване на резултатите

7. 1. Формула и метод на изчисление

Съдържанието на сулфатна пепел, изразено като процент от масата на пробата,

$$\text{която се анализира, се изчислява с: } S = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

където:

m_1 = масата, в грамове, на пепелта,

m_0 = масата, в грамове, на частта от пробата за анализиране

7.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, не трябва да превишава 2 % от тяхното средно аритметично.

8. Забележки

8.1. Сярната киселина се добавя на малки количества, за да се избегне твърде силното образуване на пяна.

8.2. По време на първата карбонизация трябва да се вземат всички необходими мерки, за да се предотвратят загуби на проба или пепел чрез излишно разклащане на пробата.

8.3. Ако е трудно да се опепели пробата напълно (т.е. остават черни частици), тигелът трябва да се извади от муфелната пещ и остатъкът да се навлажни след охлаждане, с няколко капки вода преди да се върне в пещта.

МЕТОД 10

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ПОЛЯРИЗАЦИЯ

1. Обхват и област на приложение

По метода се определя поляризацията в:

- полу-бяла захар,
- захар или бяла захар,
- рафинирана бяла захар.

2. Определение

Поляризацията е ротацията на равнината на поляризираната светлина от захарен разтвор с 26 г захар на 100 мл, поставен в тръба с дължина 200 мм.

3. Принцип

Поляризацията се определя чрез използване на захарометър или поляриметър, съгласно условията, описани в следващия метод.

4. Реактиви

4.1. *Избистрящ агент*: разтвор на основен оловен ацетат.

Добавя се 560 г от сух основен оловен ацетат към около 1000 мл прясно кипнала вода. Кипва се сместа за около 30 минути и след това се оставя в покой през нощта.

Декантира се плаващата отгоре течност и се разрежда с прясно кипнала вода, за да се получи разтвор с плътност 1,25 г/мл при 20°C.

Предпазва се този разтвор от контакт с въздух.

4.2. *Диетилов етер*

5. Апаратура

5.1. *Захарометър*, градуиран за нормално тегло 26 г захароза, или поляриметър

Този инструмент трябва да се инсталира в стая, където температурата може да се поддържа близо до 20°C. Калибрира се инструментът с помощта на стандартни кварцови плочи.

5.2. *Източник на светлина*, състоящ се от натриева лампа.

5.3. *Прецизни полярометрични тръби*, с дължина 200 мм, грешка непревишаваща $\pm 0,02$ мм.

5.4. *Аналитични везни*, точност в границите на 0,1 мг.

5.5. *Индивидуално калибрирани мерителни колби от 100 мл, снабдени с пробка*. Колби с действителен обем в обхвата $100,0 \pm 0,01$ мл могат да бъдат използвани без корекции. Колби с обем извън тези граници трябва да се използват с подходяща корекция, за да се коригира обемът до 100 мл.

5.6. *Водна баня*, с постоянно поддържана температура $20 \pm 0,1$ °C.

6. Процедура

6.1. *Приготвяне на разтвора*

Претегля се колкото е възможно по-бързо $26 \pm 0,002$ г от пробата и се прехвърля количествено в мерителна колба от 100 мл (т. 5.5) с приблизително 60 мл вода.

Разтваря се чрез разклащане, но без загряване.

Когато е необходимо избистряне, се добавя 0,5 мл оловен ацетатен реактив (т. 4.1).

Смесва се разтворът чрез въртене на колбата и се измиват стените на колбата, докато обемът е такъв, че менискусът е около 10 мм под калибриращата отметка.

Поставя се колбата във водната баня с постоянно поддържана температура $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$, докато температурата на захарния разтвор е постоянна.

Премахват се мехурите, които се образуват на повърхността на течността с капка диетилов етер (т. 4.2).

Долива се до обема с вода.

Запушва се и се разбърква старателно чрез обръщане на колбата поне три пъти.

Оставя се в покой в продължение на пет минути.

6.2. Поляризация

При всички следващи операции се поддържа температура $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$

6.2.1. Нулира се апаратът.

6.2.2. Филтрира се пробата през филтърна хартия. Изхвърлят се първите 10 мл от филтратата. Събират се следващите 50 мл от филтратата.

6.2.3. Измива се поляриметричната тръба, като се промива два пъти с разтвора на пробата, която ще се изследва (т. 6.2.2).

6.2.4. Напълва се внимателно тръбата при $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ с разтвора, който ще се изследва.

Отстраняват се всички въздушни мехури при слагането на крайната плоча на място. Поставя се напълнената тръба в гнездото на инструмента.

6.2.5. Отчита се ротацията в границите на $0,05^{\circ}\text{S}$ или $0,02$ ъглови градуси. Повтаря се още четири пъти. Взема се средното аритметично на петте отчитания.

7. Изразяване на резултатите

7. 1. Формула и метод на изчисление

Резултатите се изразяват в градуси S до най-близкия $0,1^{\circ}\text{S}$. За превръщане на ъгловите градуси в градуси S се използва следната формула:

$$1^{\circ}\text{S} = \text{ъглови градуси} \times 2,889$$

7.2. Повторяемост

Разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба, от същия аналитик, при същите условия, и всяко представляващо средното аритметично на пет отчитания, не трябва да превишава $0,1^{\circ}\text{S}$.