31979L0796

PIERWSZA DYREKTYWA KOMISJI

z dnia 26 lipca 1979 r.

ustanawiająca wspólnotowe metody analiz w celu badania niektórych cukrów przeznaczonych do spożycia przez ludzi

(79/796/EWG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Europejską Wspólnotę Gospodarczą,

uwzględniając dyrektywę Rady 73/437/EWG z dnia 11 grudnia 1973 r. w sprawie zbliżenia ustawodawstw Państw Członkowskich dotyczących niektórych cukrów przeznaczonych do spożycia przez ludzi ([1]), w szczególności jej art. 11,

a także mając na uwadze, co następuje:

art. 11 tej dyrektywy przewiduje, że skład niektórych cukrów podlega weryfikacji wspólnotowymi metodami analiz;

należy przyjąć pierwszą serię metod, w odniesieniu do których zakończono już badania;

metoda oznaczania rodzaju barwy dla cukru lub cukru białego oraz cukru rafinowanego, metoda pomiaru popiołu konduktometrycznego w cukrze rafinowanym, w roztworze cukru, roztworze cukru inwertowanego oraz syropie inwertowanym i metoda oznaczania barwy roztworu cukru rafinowanego i roztworu cukru zostały ustanowione w Załączniku do dyrektywy 73/437/EWG;

z drugiej strony, do czasu ustalenia dalszych wspólnotowych metod oznaczania cukrów redukujących należałoby przewidzieć możliwość dalszego zezwalania przez Państwa Członkowskie na stosowanie metody Lane'a i Eynona (metody 7 i 8 w załączniku II, III.3 i III.4) w miejsce metody Luff-Schoorla (metoda 6 w załączniku II, III.3 i III.4);

metody analizy przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Środków Spożywczych,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

1. Państwa Członkowskie wymagają, aby analizy konieczne do sprawdzenia zgodności z kryteriami ustanowionymi w załączniku I były wykonywane zgodnie z metodami opisanymi w załączniku II do niniejszej dyrektywy.

2. Bez uszczerbku dla drugiego akapitu metody Luff-Schoorla (załącznik II, metoda 6) używa się do oznaczania cukrów redukujących w następujących postaciach cukrów:

— roztwór cukru,

— roztwór cukru białego,

— roztwór cukru inwertowanego,

— roztwór białego cukru inwertowanego,

— syrop cukru inwertowanego,

— syrop glukozowy,

— syrop glukozowy w proszku,

— monohydrat dekstrozy,

— dekstroza bezwodna.

Jednakże Państwa Członkowskie mogą wymagać stosowania na swoim terytorium metody Lane'a i Eynona (załącznik II, metody 7 i/lub 8, odpowiednio) w celu oznaczania cukrów redukujących w jednej lub więcej spośród wyżej wymienionych postaci cukrów.

3. Jeżeli dane Państwo Członkowskie korzysta z możliwości przewidzianej w ust. 2 akapit drugi, niezwłocznie informuje o tym Komisję i inne Państwa Członkowskie.

([1]) Dz.U. L 356 z 27.12.1973, str. 71.

Artykuł 2

Nie później niż 18 miesięcy od dnia notyfikacji niniejszej dyrektywy Państwa Członkowskie wprowadzą w życie przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy i niezwłocznie powiadomią o tym Komisję.

Artykuł 3

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 26 lipca 1979 r.

W imieniu Komisji

Étienne DAVIGNON

Członek Komisji

ZAŁĄCZNIK I

ZAKRES WSPÓLNOTOWYCH METOD ANALIZ NIEKTÓRYCH CUKRÓW PRZEZNACZONYCH DO SPOŻYCIA PRZEZ LUDZI

I.	**Oznaczanie ubytku masy podczas suszenia dla:**	
	— cukru półbiałego — cukru lub cukru białego — cukru rafinowanego	(przy wykorzystaniu metody 1, załącznik II)
II.	**Oznaczanie suchej masy dla:**	
II.1.	— syropu glukozowego — sproszkowanego syropu glukozowego — monohydratu dekstrozy — bezwodnej dekstrozy	(przy wykorzystaniu metody 2, załącznik II)
II.2.	— roztworu cukru lub roztworu cukru białego — roztworu cukru inwertowanego lub białego cukru inwertowanego — syropu z cukru inwertowanego lub z białego cukru inwertowanego	(przy wykorzystaniu metody 3, załącznik II)
III.	**Pomiar cukrów redukujących dla:**	
III.1.	— cukru półbiałego	(przy wykorzystaniu metody 4, załącznik II)
III.2.	— cukru lub cukru białego — cukru rafinowanego	(przy wykorzystaniu metody 5, załącznik II)
III.3.	— roztworu cukru — roztworu cukru białego — roztworu cukru inwertowanego — roztworu białego cukru inwertowanego — syropu z cukru inwertowanego — syropu z białego cukru inwertowanego	(przy wykorzystaniu metody 6 lub 7, załącznik II)
III.4.	— syropu glukozowego — sproszkowanego syropu glukozowego — monohydratu dekstrozy — dekstrozy bezwodnej	(przy wykorzystaniu metody 6 lub 8, załącznik II)
IV.	**Oznaczanie popiołu siarczanowego dla:**	
	— syropu glukozowego — sproszkowanego syropu glukozowego — monohydratu dekstrozy — dekstrozy bezwodnej	(przy wykorzystaniu metody 9, załącznik II)
V.	**Oznaczanie polaryzacji dla:**	
	— cukru półbiałego — cukru lub cukru białego — cukru rafinowanego	(przy wykorzystaniu metody 10, załącznik II)

ZAŁĄCZNIK II

METODY ANALIZ DLA WERYFIKACJI SKŁADU NIEKTÓRYCH CUKRÓW PRZEZNACZONYCH DO SPOŻYCIA PRZEZ LUDZI

WPROWADZENIE

1. **Przygotowanie próbki do analizy**

Dokładnie wymieszać otrzymaną próbkę w laboratorium.

Pobrać podpróbkę o masie co najmniej 200 g i przenieść ją natychmiast do czystego, suchego i zabezpieczonego przed przenikaniem wilgoci naczynia zaopatrzonego w hermetyczne zamknięcie.

2. **Odczynniki i aparatura**

W opisie aparatury czyni się odniesienia jedynie do specjalnej aparatury i instrumentów oraz takiej, która wymaga spełnienia szczególnych norm.

Gdy mowa o wodzie, chodzi o wodę destylowaną lub demineralizowaną o co najmniej równoważnej czystości.

Jeżeli nie określono inaczej, wszystkie odczynniki muszą być klasy analitycznej.

Gdy czyni się odniesienie do roztworu odczynnika bez dokładniejszego opisu, chodzi o roztwór wodny.

3. **Przedstawianie wyników**

Wynik uwzględniony w urzędowym sprawozdaniu analitycznym powinien być średnią wartością z co najmniej dwóch pomyślnie powtórzonych oznaczeń.

Jeżeli nie określono inaczej, wyniki są wyrażane procentowo w stosunku do masy oryginalnej próbki otrzymanej w laboratorium.

Ilość cyfr znaczących w tak formułowanych wynikach zależy od dokładności danej metody.

METODA 1

OZNACZANIE UBYTKU MASY PODCZAS SUSZENIA

1. **Zakres i obszar zastosowania**

Metoda pozwala oznaczać ubytek masy podczas suszenia dla:

— cukru półbiałego,

— cukru lub cukru białego,

— cukru rafinowanego.

2. **Definicja**

„Ubytek masy podczas suszenia": wartość ubytku masy podczas suszenia oznaczona według określonej metody.

3. **Zasada**

Ubytek masy podczas suszenia oznacza się w temperaturze 103 ± 2°C.

4. **Aparatura laboratoryjna**

4.1. *Waga analityczna,* zakres dokładności 0-1 mg.

4.2. Suszarka, odpowiednio wentylowana, regulowana termostatycznie, przystosowana do utrzymywania temperatury wewnętrznej 103 ± 2° C.

4.3. *Metalowe naczynie wagowe,* z płaskim dnem, odporne na niszczące działanie próbek i na warunki badania, średnicy minimum 100 mm, głębokości minimum 30 mm.

4.4. *Eksykator,* zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy lub równoważny środek suszący, ze wskaźnikiem zawartości wody.

5. **Procedura**

Uwaga: Czynności opisane w ppkt. 5.3-5.7 należy wykonywać natychmiast po otwarciu pojemnika z próbką.

5.1. Osuszyć naczynie (ppkt 4.3) do stałej masy w suszarce (ppkt 4.2) w temperaturze 103 ± 2°C.

5.2. Pozostawić naczynie do ochłodzenia w eksykatorze (ppkt 4.4) na co najmniej 30-35 minut, a następnie zważyć z dokładnością do 0,1 mg.

5.3. Odważyć do naczynia, z dokładnością 0,1 mg, około 20-30 g próbki.

5.4. Umieścić naczynie w suszarce (ppkt 4.2) na trzy godziny w temperaturze 103 ± 2°C.

5.5. Pozostawić naczynie do ochłodzenia w eksykatorze (ppkt 4.4) i zważyć z dokładnością 0,1 mg.

5.6. Ponownie umieścić naczynie w suszarce na 30 minut w temperaturze 103 ± 2°C.

Pozostawić do ochłodzenia w eksykatorze (ppkt 4.4) oraz zważyć z dokładnością 0,1 mg. Powtórzyć operację, jeżeli różnica między dwoma pomiarami masy wynosi więcej niż 1 mg. Jeżeli pojawi się przyrost wagi, do obliczeń należy użyć najniższego odnotowanego odczytu.

5.7. Nie przekraczać 4 godzin łącznego czasu suszenia.

6. **Przedstawianie wyników**

6.1. *Wzór i metoda obliczania*

Ubytek masy podczas suszenia, jako udział procentowy masy próbki, wyrażony jest następującym wzorem:

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

gdzie:

m_o – masa początkowa porcji próbki, w gramach

m_1 – masa porcji próbki po suszeniu, w gramach.

6.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzanych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w tych samych warunkach, nie przekracza 0,02 g na 100 g próbki.

METODA 2

OZNACZANIE SUCHEJ MASY

Metoda suszarki próżniowej

1. **Zakres i obszar zastosowania:**

Metoda pozwala oznaczać suchą masę dla:

— syropu glukozowego

— sproszkowanego syropu glukozowego

— monohydratu dekstrozy

— dekstrozy bezwodnej.

2. **Definicja**

„Zawartość suchej masy": zawartość suchej masy oznaczana według określonej metody.

3. **Zasada**

Suchą masę oznacza się w temperaturze 70 ± 1 °C przy wykorzystaniu suszarki próżniowej pod ciśnieniem nieprzekraczającym 3,3 kPa (34 mbar). Porcje do badania w przypadku syropu glukozowego lub sproszkowanych syropów glukozowych przygotowuje się, mieszając z wodą i ziemią okrzemkową, przed suszeniem.

4. **Odczynniki**

4.1. *Ziemia okrzemkowa*: umieścić w lejku Büchnera i oczyścić poprzez kilkukrotne przemywanie rozcieńczonym kwasem solnym (1 ml stężonego kwasu, gęstość w 20 °C =1,19 g/ml na litr wody). Obróbka jest zakończona, gdy wypłuczyny pozostają zdecydowanie kwaśne. Przemywać wodą aż do momentu, gdy filtrowana woda ma wartość pH większą niż 4. Osuszyć w suszarce w temperaturze 103 ± 2 °C i przechowywać w hermetycznie zamkniętym pojemniku.

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Suszarka próżniowa*, zabezpieczona przed wyciekami, z regulacją termostatyczną, wyposażona w termometr i manometr próżniowy. Suszarka musi posiadać budowę umożliwiającą szybkie przenoszenie ciepła do misek umieszczonych na półkach.

5.2. *Układ suszenia powietrznego* składający się ze szklanej wieży wypełnionej świeżo aktywowanym żelem krzemionkowym lub równoważnym środkiem osuszającym wraz ze wskaźnikiem zawartości wody. Wieżę należy połączyć szeregowo z płuczką gazu zawierającą stężony kwas siarkowy i podłączoną do wlotu powietrza suszarki.

5.3. *Pompa próżniowa* umożliwiająca utrzymywanie ciśnienia w suszarce na poziomie 3,3 kPa (34 mbar) lub mniejszego.

5.4. *Metalowe naczynie wagowe*, z płaskim dnem, odporne na niszczące działanie próbek i warunków badania, średnicy minimum 100 mm, głębokości minimum 300 mm.

5.5. *Pręt szklany* długości takiej, aby nie mieścił się cały w pojemniku.

5.6. *Eksykator* zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy lub równoważny środek osuszający, wraz ze wskaźnikiem zawartości wody.

5.7. *Waga analityczna*, dokładność 0,1 mg.

6. **Procedura**

6.1. Około 30 g ziemi okrzemkowej (ppkt 4.1) umieścić w naczyniu wagowym (ppkt 5.4) wyposażonym w szklany pręt (ppkt 5.5). Umieścić całość w suszarce (ppkt 5.1) w temperaturze 70 ± 1 °C i zmniejszyć ciśnienie do 3,3 kPa (34 mbar) lub poniżej.

Suszyć przez co najmniej pięć godzin, wciągając powolny strumień powietrza do suszarki poprzez układ do suszenia powietrznego. Od czasu do czasu sprawdzać ciśnienie i korygować je, gdy jest to niezbędne.

6.2. Przywrócić w suszarce ciśnienie atmosferyczne poprzez ostrożne zwiększenie poboru suchego powietrza. Natychmiast umieścić naczynie wraz z prętem szklanym w eksykatorze (ppkt 5.6). Pozostawić do schłodzenia, a następnie zważyć.

6.3. Do 100-mililitrowej zlewki odważyć z dokładnością do 1 mg około 10 g próbki do analizy.

6.4. Rozcieńczyć porcję do badań za pomocą 10 ml ciepłej wody i przenieść roztwór porcjami do naczynia wagowego, używając do tego pręta szklanego (ppkt 5.5).

6.5. Umieścić naczynie zawierające porcję do badania i szklany pręt w suszarce oraz zmniejszyć ciśnienie do 3,3 kPa (34 mbar) lub poniżej. Suszyć w temperaturze 70 ± 1 °C, pozwalając na powolny przepływ strumienia suchego powietrza przez suszarkę.

Operacja suszenia powinna być kontynuowana przez 20 godzin; większa część ubytku masy powinna mieć miejsce pod koniec pierwszego dnia. Konieczne będzie utrzymanie w ciągu nocy ustalonego wstępnie ciśnienia roboczego pompy próżniowej oraz powolnego przepływu strumienia suchego powietrza na wlocie suszarki, tak aby utrzymać ciśnienie na poziomie około 3,3 kPa (34 mbar) lub poniżej.

6.6. Przywrócić w suszarce ciśnienie atmosferyczne, zwiększając ostrożnie dopływ suchego powietrza. Natychmiast umieścić naczynie wraz z zawartością w eksykatorze. Pozostawić do schłodzenia, a następnie zważyć z dokładnością do 1 mg.

6.7. Kontynuować czynność (ppkt 6.5) przez dalsze cztery godziny. Przywrócić w suszarce ciśnienie atmosferyczne i natychmiast umieścić naczynie wraz z zawartością w eksykatorze. Pozostawić do schłodzenia, a następnie zważyć. Upewnić się, czy ubytek masy osiągnął wartość stałą. Uważa się, że ubytek masy osiągnął wartość stałą, jeżeli różnica między dwoma ważeniami tego samego naczynia nie przekracza 2 mg. Jeżeli różnica jest większa, należy powtórzyć czynność według ppkt. 6.7.

6.8. Do oznaczania suchej masy w próbkach dekstrozy bezwodnej lub monohydratu dekstrozy nie wymaga się stosowania ziemi okrzemkowej i wody.

7. **Przedstawianie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość suchej masy, wyrażona jako procent masy próbki, podana jest wzorem:

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

gdzie:

m_o = masa początkowa porcji badanej próbki, w gramach,

m_1 = masa naczynia wagowego plus ziemi okrzemkowej, pręta szklanego i resztek badanej porcji po suszeniu, w gramach,

m_2 = masa naczynia wagowego plus ziemi okrzemkowej i pręta szklanego, w gramach

7.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach, nie powinna przekraczać 0,12 g na 100 g próbki.

METODA 3

OZNACZANIE CAŁKOWITEJ SUCHEJ MASY

(Metoda refraktometryczna)

1. **Zakres i obszar zastosowania:**

Metoda pozwala na oznaczanie zawartości suchej masy dla:

— roztworu cukru,

— roztworu cukru białego,

— roztworu cukru inwertowanego,

— roztworu białego cukru inwertowanego,

— syropu cukru inwertowanego,

— syropu białego cukru inwertowanego.

2. **Definicja**

„Zawartość suchej masy": zawartość suchej masy oznaczana za pomocą określonej metody.

3. **Zasada**

Oznacza się współczynnik załamania światła porcji badanej w temperaturze 20 °C i przelicza na zawartość suchej masy, za pomocą tabel wskazujących stężenie jako funkcję współczynnika załamania światła.

4. **Aparatura laboratoryjna**

4.1. *Refraktometr,* dokładność do czterech miejsc po przecinku, zaopatrzony w termometr i wodną pompę cyrkulacyjną podłączoną do kąpieli wodnej z regulacją termostatyczną w temperaturze 20 ± 0,5 °C.

4.2. *Źródło światła* w postaci lampy sodowej.

5. **Procedura**

5.1. Jeżeli w próbce obecne są jakiekolwiek kryształki, należy je rozpuścić, rozcieńczając próbkę w stosunku 1:1 (m/m).

5.2. Zmierzyć w refraktometrze (ppkt 4.1) współczynnik załamania światła próbki w temperaturze 20 °C.

6. **Przedstawianie wyników**

6.1. Według podanej tabeli obliczyć zawartość suchej masy na podstawie współczynnika załamania światła roztworów cukru w temperaturze 20 °C; skorygować na obecność cukrów inwertowanych, dodając do otrzymanego z tabeli wyniku 0,022 dla każdego 1% inwertowanego cukru obecnego w analizowanej próbce.

6.2. Jeżeli próbka była rozcieńczana wodą w stosunku 1:1 (m/m), obliczoną suchą masę należy pomnożyć przez dwa.

6.3. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach, nie przekracza 0,2 g na 100 g próbki.

TABLICE REFERENCYJNE

Współczynniki załamania światła (*n*) roztworów cukru w temperaturze 20 °C [1]

n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)
1,3330	0,009	1,3365	2,436	1,3400	4,821	1,3435	7,164	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	5,629	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
1,3356	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
1,3363	2,299	1,3398	4,686	1,3433	7,031	1,3468	9,335	1,3503	11,600
1,3364	2,367	1,3399	4,753	1,3434	7,097	1,3469	9,400	1,3504	11,664

n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)
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	1,1673	22,073	1,3728	25 287
1,3509	11,984	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	1,1677	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	1,3389	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	1,3765	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	1,3563	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	1,3610	18,351	1,3666	21,658	1,3721	24,883	1,3776	28,028
1,3557	15,019	1,3611	18,412	1,3667	21,718	1,3722	24,941	1,3777	28,084
1,3558	15,082	1,3613	18,473	1,3668	21,777	1,3723	24,998	1,3778	28,141
1,3559	15,144	1,3614	18,534	1,3669	21,836	1,3724	25,056	1,3779	28,197

n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)
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	32,086	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	29,878	1,3864	32,904	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	1,3889	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	36,442	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	31,207	1,3888	34,202	1,3943	37,128	1,3998	39,988	1,4053	42,786
1,3834	31,262	1,3889	34,256	1,3944	37,180	1,3999	40,040	1,4054	42,836

n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)
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	1,4277	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	1,4171	48,591	1,4226	51,211	1,4281	53,779
1,4062	43,238	1,4117	46,967	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	1,4141	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	1,4261	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	43,179	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

n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)
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	1,4387	58,592	1,4442	61,023	1,4497	63,410	1,4552	65,756
1,4133	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	1,4304	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	62,983	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
14358	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	14479	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	1,4184	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	53,458	1,4439	60,891	1,4494	63,281	1,4549	65,629	1,4604	67,938

n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)
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	1,1772	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
1,4611	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	1,1781	75,114	1 4336	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	1,4681	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	1,4810	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	78,777
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

n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)	n (20°C)	Cukier (%)
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	87,531	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	1,9976	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	82,681	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	1,4984	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	14990	83,128	1,5030	84,609	1,5070	86,072
1,4911	80,154	1,4951	81,668	1,4991	83,165	1,5031	84,645	1,5071	86,109
1,4912	80,192	1,4952	81,706	1,4992	83,202	1 5032	84,682	1,5072	86,145
1,4913	80,231	1,4953	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	80,421	1,4958	81,932	1,4998	83,425	1,5038	84,903	1,5078	86,363
1,4919	80,459	1,4959	81,969	14999	83,463	1,5039	84,939	1,5079	86,399

([1]) Wartości *n* w tych tabelach obliczono na podstawie równania K. Rosenbauera dla ICUMSA; zostały zaprogramowane i obliczone przez Franka G. Carpentera z UDSA i opublikowane w *Sugar J.* nr 33, str. 15-22 (czerwiec 1970 r.). Współczynnik załamania światła był mierzony w temperaturze 20 °C przy linii 0 Na. Rubrykę (% cukru w masie) otrzymano przez ważenie w temperaturze 20 °C przy ciśnieniu 60 mm Hg i 50% wilgotności względnej. Niniejsza tabela zastępuje poprzednią tabelę 47.012 z 11-tego wydania, z *Intern. Sugar J.* nr 19, str. 22 (1987).

METODA 4

POMIAR CUKRÓW REDUKUJĄCYCH WYRAŻONYCH JAKO CUKRY INWERTOWANE

(Metoda Instytutu w Berlinie)

1. Zakres i obszar zastosowania

Metoda oznacza zawartość cukrów redukujących wyrażoną jako cukier inwertowany w cukrze półbiałym.

2. **Definicja**

„Cukry redukujące wyrażone jako cukier inwertowany": zawartość cukrów redukujących oznaczana za pomocą określonej metody.

3. **Zasada**

Roztworu próbki zawierającego cukry redukujące używa się do redukcji roztworu kompleksu miedzi II. Powstały tlenek miedziowy I jest następnie utleniany za pomocą wzorcowego roztworu jodowego, którego nadmiar jest oznaczany przez miareczkowanie odwrotne za pomocą wzorcowego roztworu tiosiarczanu sodowego.

4. **Odczynniki**

4.1. *Roztwór miedzi II (roztwór Mullera)*

4.1.1. Rozpuścić 35 g pentahydratu siarczanu miedzi II ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) w 400 ml gotującej się wody. Pozostawić do ochłodzenia.

4.1.2. Rozpuścić 173 g tetrahydratu winianu sodowo-potasowego (sól Rochelle lub sól Seignette; $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) oraz 68 g bezwodnego węglanu sodowego w 500 ml gotującej się wody. Pozostawić do ochłodzenia.

4.1.3. Przenieść oba roztwory (ppkt. 4.1.1 i 4.1.2) do kolby o 1-litrowej pojemności i uzupełnić wodą do jednego litra. Dodać 2 g węgla aktywnego, wstrząsnąć, odstawić na kilka godzin, a następnie przefiltrować przez gęstą bibułę lub membranę filtracyjną.

Jeżeli podczas przechowywania pojawiają się niewielkie ilości tlenku miedzi I, roztwór należy ponownie przefiltrować.

4.2. *Roztwór kwasu octowego* 5 mol/litr.

4.3. *Roztwór jodu* 0,01665 mol/litr (tzn. 0,0333 N, 4,2258 g/litr).

4.4. *Roztwór tiosiarczanu sodowego* 0,0333 mol/litr.

4.5. *Roztwór skrobi*: do jednego litra gotującej się wody dodać mieszaninę 5 g rozpuszczalnej skrobi rozmieszanej w 30 ml wody. Gotować przez trzy minuty, pozostawić do ochłodzenia, a następnie dodać, jeżeli jest to wymagane, 10 mg jodku II rtęci jako środka konserwującego.

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Kolba stożkowa,* 300 ml; dokładne biurety i pipety.

5.2. *Kąpiel wodna,* wrząca.

6. **Procedura**

6.1. Odważyć do 300-mililitrowej kolby stożkowej porcję próbki (10 g lub mniej) zawierającą nie więcej niż 30 mg cukru inwertowanego, a następnie rozpuścić ją w około 100 ml wody.

Odmierzyć pipetą do kolby z roztworem próbki 10 ml roztworu miedzi II (ppkt 4.1). Wymieszać zawartość kolby przez zawirowanie, a następnie umieścić ją w gotującej kąpieli wodnej (ppkt 5.2) na dokładnie 10 minut.

Poziom roztworu w kolbie stożkowej powinien być co najmniej 20 mm poniżej poziomu wody w kąpieli wodnej. Gwałtownie ochłodzić kolbę pod bieżącym strumieniem zimnej wody. Podczas tej czynności nie należy mieszać roztworu, ponieważ tlen atmosferyczny mógłby ponownie utlenić część wytrąconego tlenku miedzi I.

Za pomocą pipety dodać 5 ml 5 mol/litr kwasu octowego (ppkt 4.2) bez potrząsania i natychmiast dodać nadmiar (między 20 a 40 ml) roztworu jodu 0,01665 mol/litr (ppkt 4.3) z biurety.

Mieszać do rozpuszczenia się osadu miedzi. Miareczkować nadmiarowy jod w stosunku do roztworu tiosiarczanu sodowego 0,0333 mol/litr (ppkt 4.4) posługując się jako wskaźnikiem roztworem skrobi (ppkt 4.5). Wskaźnik dodaje się pod koniec miareczkowania.

6.2. Przeprowadzić próbę ślepą z wodą. Należy przeprowadzić ją przy każdym nowym roztworze miedzi II (ppkt 4.4). Miareczkowanie nie powinno przekraczać 0,1 ml.

6.3. Przeprowadzić próbę kontrolną z roztworem cukru bez podwyższonej temperatury. Odstawić w temperaturze pokojowej na 10 minut, aby pozwolić na ewentualną reakcję obecnych czynników redukujących, np. dwutlenku siarki.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Objętość zużytego jodu = ml 0,01665 mol/litr jodu dodanego nadmiarowo minus ml 0,0333 ml/litr tiosiarczanu sodowego użytego do miareczkowania.

Objętość (w ml) 0,01665 ml/litr jodu zużytego jest korygowana przez odjęcie:

7.1.1. Liczby mililitrów zużytych w próbie ślepej przeprowadzonej z wodą (ppkt 6.2).

7.1.2. Liczby mililitrów zużytych w próbie z roztworem cukru bez podwyższonej temperatury (ppkt 6.3).

7.1.3. Wartości 2,0 ml dla każdych 10 g cukru obecnego w stosowanej podwielokrotności; bądź proporcjonalną ilość, gdy próbka zawiera mniej niż 10 g cukru (korekta na cukier).

Po dokonaniu tych korekt każdy ml roztworu jodu (ppkt 4.3), który brał udział w reakcji, odpowiada 1 mg cukru inwertowanego.

Zawartość cukru inwertowanego jako procent próbki wyrażona jest następującym wzorem:

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

gdzie:

V_1 = ilość ml roztworu jodu (ppkt 4.3) po korekcie

m_o = masa użytej próbki, w gramach.

7.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach, nie przekracza 0,02 g na 100 g próbki.

METODA 5

POMIAR CUKRÓW REDUKUJĄCYCH WYRAŻONYCH JAKO CUKIER INWERTOWANY

(Metoda Knighta i Allena)

1. **Zakres i obszar zastosowania:**

Metoda służy do oznaczania zawartości cukrów redukujących wyrażonej jako cukier inwertowany, dla:

— cukru lub cukru białego,

— cukru rafinowanego.

2. **Definicja**

„Cukry redukujące wyrażone jako cukier inwertowany": zawartość cukrów redukujących oznaczana za pomocą określonej metody.

3. **Zasada**

Do roztworu próbki dodaje się odczynnik miedzi II, za pomocą roztworu EDTA odmiareczkowuje się nadmiar dla porcji zredukowanej i niezredukowanej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Roztwór kwasu tertraoctowego diaminy etylenowej* (sól disodowa) (EDTA) 0,0025 mol/litr: rozpuścić 0,930 g EDTA w wodzie i uzupełnić wodą do jednego litra.

4.2. *Roztwór wskaźnika mureksydowego*: dodać 0,25 g mureksydu do 50 ml wody i wymieszać z 20 ml 0,2 g/100 ml wodnego roztworu błękitu metylenowego.

4.3. *Odczynnik alkaliczny miedziowy*: rozpuścić 25 g bezwodnego węglanu sodowego i 25 g tetrahydratu winianu potasowo-sodowego w około 600 ml wody zawierającej 40 ml 1,0 mol/litr wodorotlenku sodu. Rozpuścić 6,0 g pentahydratu siarczanu miedzi II ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) w około 100 ml wody, a następnie dodać do roztworu winianu. Rozcieńczyć wodą do objętości jednego litra.

Uwaga: roztwór ma ograniczony czas użytkowania (jeden tydzień)

4.4. *Wzorcowy roztwór cukru inwertowanego*: rozpuścić 23,750 g czystej sacharozy (ppkt 4.5) w około 120 ml wody w 250 ml kolbie z podziałką, dodać 9 ml kwasu solnego (ζ = 1,16) i odstawić w temperaturze pokojowej na osiem dni. Uzupełnić roztwór do 250 ml i sprawdzić stopień dokonania hydrolizy za pomocą odczytu polarymetru lub sacharymetru w rurce 200 mm. Odczyt powinien wynosić 11,80° ± 0,05°S (zobacz uwaga 8). Odmierzyć pipetą 200 ml tego roztworu do 2 000 ml kolby z podziałką. Rozcieńczyć wodą i wstrząsając (aby uniknąć nadmiernej alkalizacji miejscowej) dodać 71,4 ml roztworu wodorotlenku sodowego (1 ml/litr), w którym rozpuszczono 4 g kwasu benzoesowego. Dopełnić do 2 000 ml, aby otrzymać roztwór 1 g/100 ml cukru inwertowanego. Roztwór ten powinien posiadać pH wynoszące około 3.

Ten trwały roztwór podstawowy należy rozcieńczać dopiero bezpośrednio przed użyciem.

4.5. *Czysta sacharoza*: próbka czystej sacharozy z zawartością cukru inwertowanego nie większą niż 0,001 g/100 g.

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Probówki do badań*, 150 × 20 mm.

5.2. *Naczynie z białej porcelany.*

5.3. *Waga analityczna,* dokładność •1 mg.

6. **Procedura**

6.1. W probówce (ppkt 5.1) rozpuścić 5 g próbki cukru w 5 ml zimnej wody. Dodać 2,0 ml odczynnika miedziowego (ppkt 4.3) i wymieszać. Zanurzyć probówkę na pięć minut w gotującej kąpieli wodnej, a następnie ochłodzić w zimnej wodzie.

6.2. Przenieść ilościowo roztwór z probówki do naczynia porcelanowego (ppkt 5.2), używając możliwie jak najmniejszej ilości wody, dodać trzy krople wskaźnika (ppkt 4.2) i miareczkować roztworem EDTA (ppkt 4.1). V_o jest to liczba ml EDTA zastosowana do miareczkowania.

Bezpośrednio przed zakończeniem barwa roztworu zmienia się z zielonej poprzez szarą aż do purpurowej na końcu. Barwa purpurowa znika powoli z powodu utleniania się tlenku miedzi I do tlenku miedzi II, z prędkością zależną od stężenia obecnej miedzi zredukowanej. Dlatego miareczkowanie należy zakończyć stosunkowo szybko.

6.3. Sporządzić wykres wzorcowania poprzez dodawanie znanych ilości cukru inwertowanego (jako roztwór z ppkt. 4.4 odpowiednio rozcieńczony) do 5 g czystej sacharozy (ppkt 4.5) oraz dodawanie odpowiedniej ilości zimnej wody, tak aby łącznie dodawać 5 ml roztworu. Wykreślić objętości miareczkowania (w ml) w stosunku do procentu cukru inwertowanego dodanego do 5 g sacharozy: otrzymany wykres jest linią prostą w zakresie od 0,001 do 0,019 g/100 g cukru inwertowanego/100 g próbki.

7. **Przedstawianie wyników**

7.1. *Metoda obliczania*

Odczytać na krzywej wzorcowania procent cukru inwertowanego odpowiadający wartości V_o ml EDTA oznaczonej podczas analizy próbki.

7.2. Jeżeli oczekuje się, że stężenie w analizowanej próbce będzie większe niż 0,017 g cukru inwertowanego/100 g próbki, należy odpowiednio zmniejszyć wielkość próbki pobieranej w ppkt. 6.1 i dopełnić badaną próbkę do 5 g czystą sacharozą (ppkt 4.5).

7.3. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach nie przekracza 0,005 g na 100 g próbki.

8. **Uwaga**

Podzielić przez 2,889, aby przeliczyć °S na polarymetryczne stopnie łukowe (rurki 200 mm; źródło światła w postaci lampy sodowej; przyrząd należy zamontować w pomieszczeniu, w którym można utrzymać temperaturę jak najbardziej zbliżoną do 20 °C).

METODA 6

OZNACZANIE CUKRÓW REDUKUJĄCYCH WYRAŻONYCH JAKO RÓWNOWAŻNIK CUKRU LUB DEKSTROZY

(Metoda Luff-Schoorla)

1. **Zakres i obszar zastosowania:**

Metoda służy do oznaczania:

1.1. Zawartości cukrów redukujących wyrażonych jako cukier inwertowany dla:

— roztworu cukru,

— roztworu cukru białego,

— roztworu cukru inwertowanego,

— roztworu białego cukru inwertowanego,

— syropu cukru inwertowanego,

— syropu białego cukru inwertowanego.

1.2. Zawartości cukru redukującego, wyrażonej i obliczonej (w suchej masie) jako równoważnik dekstrozy, dla:

— syropu glukozowego,

— syropu glukozowego

1.3. Zawartości cukrów redukujących wyrażonej jako D-glukoza, dla:

— monohydratu dekstrozy,

— dekstrozy bezwodnej

2. **Definicja**

„Cukry redukujące wyrażone jako cukry inwertowane, D-glukoza lub równoważnik dekstrozy": zawartość cukrów redukujących wyrażona lub obliczona jako cukier inwertowany, D-glukoza lub równoważnik dekstrozy, oznaczana zgodnie z określoną metodą.

3. **Zasada**

Cukry redukujące w próbce (sklarowane, jeżeli jest to konieczne) podgrzewa się do temperatury wrzenia, w warunkach standardowych, z roztworem miedzi II, która zostaje częściowo zredukowana do miedzi I. Nadmiar miedzi II jest następnie oznaczany za pomocą metody jodometrycznej.

4. **Odczynniki**

4.1. *Roztwór Carreza I*: rozpuścić 21,95 g dihydratu octanu cynkowego ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) (lub 24 g trójwodnego octanu cynkowego ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) oraz 3 ml kwasu octowego lodowatego, a następnie dopełnić wodą do 100 ml.

4.2. *Roztwór Carreza II*: rozpuścić 10,6 g trójwodnego heksażelazocyjanku potasowego II $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ w wodzie i dopełnić wodą do 100 ml.

4.3. Odczynnik Luff-Schoorla*: przygotować następujące roztwory:*

4.3.1. Roztwór siarczanu miedzi II: rozpuścić 25 g pentahydratu bezżelazowego siarczanu miedzi II ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) w 100 ml wody.

4.3.2. Roztwór kwasu cytrynowego: rozpuścić 50 g monohydratu kwasu cytrynowego ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) w 50 ml wody.

4.3.3. Roztwór węglanu sodowego: rozpuścić 143,8 g bezwodnego węglanu sodu w około 300 ml ciepłej wody i pozostawić do ochłodzenia.

4.3.4. W jednolitrowej kolbie pomiarowej dodać roztwór kwasu cytrynowego (ppkt 4.3.2) do roztworu węglanu sodowego (ppkt 4.3.3), delikatnie mieszając przez zawirowanie. Obracać kolbą aż do zniknięcia piany, a następnie dodać roztworu siarczanu miedzi II (ppkt 4.3.1) oraz uzupełnić wodą do 1000 ml. Odstawić roztwór na noc, a następnie, jeżeli potrzeba, przefiltrować. Sprawdzić stężenie molowe tak uzyskanego odczynnika za pomocą metody opisanej w ppkt. 6.1 (Cu 0,1 mol/litr; Na_2CO_3 1 mol/litr).

4.4. *Roztwór tiosiarczanu sodowego*, 0,1 mol/litr.

4.5. *Roztwór skrobi*: do jednego litra gotującej się wody dodać mieszaninę 5 g rozpuszczalnej skrobi namoczonej w 30 ml wody. Gotować przez trzy minuty, pozostawić do ochłodzenia, a następnie dodać, jeżeli jest to wymagane, 10 mg jodku rtęci II jako środka konserwującego.

4.6. *Kwas siarkowy*, 3 mol/litr.

4.7. *Roztwór jodku potasowego*, 30% (m/v).

4.8. *Wiórki pumeksowe*, gotowane w kwasie solnym, spłukane z kwasu wodą i osuszone.

4.9. *Izopentanol*

4.10. *Wodorotlenek sodowy*, 0,1 mol/litr.

4.11. *Kwas solny*, 0,1 mol/litr.

4.12. *Roztwór fenoloftaleiny*, 1% (m/v) w etanolu.

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Kolba stożkowa*, 300 ml, wyposażona w chłodnicę zwrotną.

5.2. *Stoper*.

6. **Procedura**

6.1. *Wzorcowanie odczynnika Luff-Schoorla* (ppkt 4.3)

6.1.1. Do 25 ml odczynnika Luff-Schoorla (ppkt 4.3) dodać 3 g jodku potasowego i 25 ml 3 mol/litr kwasu siarkowego (ppkt 4.6).

Miareczkować 0,1 mol/litr tiosiarczanem sodowym (ppkt 4.4) za pomocą roztworu skrobi (ppkt 4.5) jako wskaźnikiem dodanym pod koniec miareczkowania. Jeżeli objętość użytego 0,1 mol/litr roztworu tiosiarczanu sodowego nie wynosi 25 ml, odczynnik należy przyrządzić od początku.

6.1.2. Odmierzyć pipetą do 100 ml kolby pomiarowej 10 ml odczynnika i rozcieńczyć wodą.

Odmierzyć pipetą 10 ml rozcieńczonego odczynnika do 25 ml 0,1 mol/litr kwasu solnego (ppkt 4.11) w kolbie stożkowej i ogrzewać przez godzinę w gotującej kąpieli wodnej. Ochłodzić, dopełnić do początkowej objętości świeżo zagotowaną wodą, a następnie miareczkować 0,1 mol/litr wodorotlenkiem sodowym (ppkt 4.10) przy pomocy fenoloftaleiny (ppkt 4.12) jako wskaźnika.

Należy użyć 0,1 mol/litr wodorotlenku sodowego (ppkt 4.10) w objętości między 5,5 a 6,5 ml.

6.1.3. Miareczkować 10 ml rozcieńczonego odczynnika (ppkt 6.1.2) przy pomocy 0,1 mol/litr kwasu solnego (ppkt 4.11) za pomocą fenoloftaleiny (ppkt 4.12) jako wskaźnika. Punkt końcowy charakteryzuje się zniknięciem zabarwienia purpurowego.

Należy użyć 0,1 mol/litr kwasu solnego (ppkt 4.11) objętości między 6,0 a 7,5 ml.

6.1.4. pH odczynnika Luff-Schoorla musi wynosić między 9,3 a 9,4 w temperaturze 20 °C.

6.2. *Przygotowanie roztworu*

6.2.1. Dokładnie odważyć, z dokładnością do 1 mg, 5 g próbki i przenieść ilościowo do 250-mililitrowej kolby wypełnionej 200 ml wody. Sklarować, jeżeli jest to niezbędne, dodając 5 ml roztworu Carreza I (ppkt 4.1), a następnie 5 ml roztworu Carreza II (ppkt 4.2). Po dodaniu każdego z tych roztworów dokładnie wymieszać. Uzupełnić wodą do 250 ml. Dobrze wymieszać. Jeżeli to konieczne, przefiltrować.

6.2.2. Rozcieńczyć roztwór (ppkt 6.2.1), tak aby 25 ml roztworu zawierało nie mniej niż 15 mg i nie więcej niż 60 mg cukrów redukujących wyrażonych jako glukoza.

6.3. *Miareczkowanie metodą Luff-Schoorla*

Do 300-mililitrowej kolby stożkowej (ppkt 5.1) odmierzyć pipetą 25 ml odczynnika Luff-Schoorla (ppkt 4.3). Odmierzyć pipetą 25 ml roztworu cukru (ppkt 6.2) do kolby stożkowej i umieścić tam dwa wiórki pumeksowe (ppkt 4.8). Na kolbie (ppkt 5.1) umieścić chłodnicę zwrotną i natychmiast umieścić przyrząd na siatce azbestowej nad palnikiem Bunsena. Siatka powinna posiadać otwór wycięty w części azbestowej o tej samej średnicy co podstawa kolby. Ogrzewać ciecz w temperaturze wrzenia przez około dwie minuty i przetrzymać na wolnym ogniu przez dokładnie 10 minut. Natychmiast schłodzić w zimnej wodzie, a po pięciu minutach miareczkować w sposób następujący:

Dodać 10 ml roztworu jodku potasowego (ppkt 4.7), a następnie natychmiast dodać, z zachowaniem ostrożności (ze względu na burzliwy przebieg), 25 ml 3 mol/litr kwasu siarkowego (ppkt 4.6). Miareczkować za pomocą 0,1 mol/litr roztworu tiosiarczanu sodowego (ppkt 4.4) aż do uzyskania prawie bezbarwnego roztworu, a następnie dodać kilka mililitrów roztworu skrobi (ppkt 4.5) jako wskaźnika, po czym kontynuować miareczkowanie aż do zniknięcia niebieskiego zabarwienia.

Przeprowadzić próbę kontrolną używając 25 ml wody zamiast 25 ml roztworu cukru (ppkt 6.2.2).

7. **Przedstawianie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Z poniższej tabeli odnaleźć (interpolując, jeżeli jest to konieczne) masę glukozy lub cukru inwertowanego w miligramach odpowiadającą różnicy między dwoma odczytami miareczkowania, wyrażoną w mililitrach 0,1-mol/litr siarczanu sodowego.

Wyrazić wynik w kategoriach cukru inwertowanego lub D-glukozy jako udział procentowy (m/m) suchej masy.

7.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach, nie przekracza 0,2 ml.

8. **Uwaga**

W celu zmniejszenia tworzenia piany przed zakwaszaniem kwasem siarkowym można dodać niewielką ilość izopentanolu (ppkt 4.9).

Tabela wartości w zależności od ilości odczynnika Luff-Schoorla

0,1 mol/litr $Na_2S_2O_3$	Glukoza, fruktoza, cukry inwertowane $C_6H_{12}O_6$	
ml	mg	różnica
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

METODA 7

POMIAR CUKRÓW REDUKUJĄCYCH WYRAŻONYCH JAKO CUKIER INWERTOWANY

(Modyfikacja objętości stałej Lane'a i Eynona)

1. **Zakres i obszar zastosowania**

Metoda pozwala oznaczać cukry redukujące, wyrażone jako cukier inwertowany, dla:

— roztworu cukru,

— roztworu cukru białego,

— roztworu cukru inwertowanego,

— roztworu białego cukru inwertowanego,

— syropu cukru inwertowanego,

— syropu białego cukru inwertowanego.

2. **Definicja**

„Cukry redukujące wyrażone jako cukier inwertowany": zawartość cukrów redukujących oznaczana za pomocą określonej metody.

3. **Zasada**

Roztwór próbki miareczkuje się w temperaturze wrzenia w stosunku do określonej objętości roztworu Fehlinga, przy użyciu błękitu metylenowego jako wskaźnikiem.

4. **Odczynniki**

4.1. Roztwór Fehlinga

4.1.1. Roztwór A:

Rozpuścić 69,3 g pentahydratu siarczanu miedzi II ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) w wodzie i dopełnić do 1000 ml.

4.1.2. Roztwór B:

Rozpuścić w wodzie 346,0 g podwójnego tetrahydratu winianu sodowo-potasowego ($KNaC_4 \bullet 5H_2O$) wraz z 100,0 g wodorotlenku sodowego i dopełnić do 1000 ml. Należy zlewać przejrzysty roztwór znad okresowo tworzącego się osadu.

Uwaga:

Te dwa roztwory należy przechowywać w butelkach z ciemnego (brązowego, bursztynowego) szkła.

4.2. *Roztwór wodorotlenku sodowego*, 1 mol/litr.

4.3. *Wzorcowy roztwór cukru inwertowanego*: rozpuścić 23,750 g czystej sacharozy w około 120 ml wody w 250-mililitrowej kolbie z podziałką; dodać 9 ml kwasu solnego (ζ = 1,16) i odstawić na osiem godzin w temperaturze pokojowej. Dopełnić roztwór do 250 ml i sprawdzić zakończenie hydrolizy za pomocą polarymetru lub sacharymetru odczytując na rurce 200 mm. Odczyt ten powinien wynosić 11,80° ± 0,05 oS (zobacz uwaga 8). Do 2000-mililitrowej kolby z podziałką odmierzyć pipetą 200 ml tego roztworu. Rozcieńczyć wodą i wstrząsając (aby uniknąć nadmiernej alkalizacji miejscowej) dodać 71,4 ml roztworu wodorotlenku sodowego (1 mol/litr) (ppkt 4.2), w którym rozpuszczono 4 g kwasu benzoesowego. Dopełnić do 2000 ml, aby otrzymać 1 g/100 ml roztwór cukru inwertowanego. pH tego roztworu powinno wynosić około 3.

Ten trwały roztwór podstawowy należy rozcieńczać dopiero bezpośrednio przed użyciem.

Aby dopełnić 0,25 g/100 ml roztwór cukru inwertowanego, należy napełnić do kreski 250-mililitrową kolbę z podziałką podstawowym 1 g/100 ml roztworem cukru inwertowanego w temperaturze 20 °C. Wypłukać zawartość tej kolby do 1000-mililitrowej kolby z podziałką i ponownie rozcieńczyć do kreski wodą w temperaturze 20 °C.

4.4. *Roztwór błękitu metylenowego*, 1 g/100 ml.

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Laboratoryjne kolby żaroodporne z wąską szyjką*, 500 ml.

5.2. *Biureta*, 50 ml, z zatyczką i końcówką wyrównującą, z podziałką co 0,05 ml.

5.3. *Pipety*, z podziałką co 20, 25 i 50 ml.

5.4. *Kolby pomiarowe z pojedynczym oznaczeniem objętości*, 250, 1000 i 2000 ml.

5.5. *Urządzenie do podgrzewania*, umożliwiające utrzymanie temperatury wrzenia zgodnie z warunkami opisanymi w ppkt. 6.1 i pozwalające na obserwację końcowej zmiany zabarwienia bez konieczności wyjmowania kolby (ppkt 5.1) z ogrzewacza.

5.6. *Stoper*, wskazujący z dokładnością co najmniej do sekundy.

6. **Procedura**

6.1. *Wzorcowanie roztworu Fehlinga*

6.1.1. Do czystej, suchej zlewki odmierzyć pipetą 50 ml roztworu B (ppkt 4.1.2), a następnie 50 ml roztworu A (ppkt 4.1.1), po czym dokładnie wymieszać.

6.1.2. Przepłukać i napełnić biuretę 0,25% (0,25 g/100 ml) wzorcowym roztworem cukru inwertowanego (ppkt 4.3).

6.1.3. Do 500 ml kolby (ppkt 5.1) odmierzyć pipetą podwielokrotność 20 ml zmieszanych roztworów A i B (ppkt 6.1.1). Do kolby dodać 15 ml wody. Wprowadzić biuretą 39 ml roztworu cukru inwertowanego, dodać niewielką ilość granulek amortyzujących i delikatnie obracając kolbą, wymieszać zawartość.

6.1.4. Podgrzać kolbę z zawartością do temperatury wrzenia i potrzymać w tej temperaturze przez dokładnie dwie minuty; w trakcie kolejnych wykonywanych czynności nie wolno zdejmować kolby z podgrzewacza ani dopuścić, by przestała wrzeć.

Pod koniec dwuminutowego gotowania dodać trzy lub cztery krople roztworu błękitu metylenowego (ppkt 4.4): roztwór powinien mieć zdecydowane niebieskie zabarwienie.

6.1.5. Kontynuować wzorcowanie dodając za pomocą biurety wzorcowy roztwór cukru inwertowanego w małych porcjach, początkowo po 0,2 ml, a na końcu pojedyncze krople, aż do osiągnięcia punktu końcowego. Punkt ten wskazuje zaniknięcie niebieskiego zabarwienia spowodowanego błękitem metylenowym. Roztwór przyjmuje następnie barwę czerwonawą związaną z powstaniem zawiesiny tlenku miedzi I.

6.1.6. Punkt końcowy powinien być osiągnięty pod koniec trzech minut upływających od momentu zagotowania się roztworu. Końcowe miano V_o wynosi od 39,0 do 41,0 ml. Jeżeli V_o wykracza poza ten zakres, należy wyrównać stężenie miedzi w roztworze Fehlinga A (ppkt 4.1.1) i powtórzyć proces wzorcowania.

6.2. *Przygotowanie roztworów próbek*

Stężenie roztworu próbki badanej powinno być takie, aby zawierała ona od 250 do 400 mg cukru inwertowanego na 100 ml.

6.3. *Badanie wstępne*

6.3.1. Badanie wstępne należy przeprowadzić po to, aby upewnić się, że ilość wody dodawanej do 20 ml zmieszanych roztworów A i B jest wystarczająca do uzyskania ostatecznej objętości 75 ml po miareczkowaniu.

Przeprowadza się taką samą operację, jak opisana w ppkt. 6.1.4, z tym wyjątkiem, że zamiast wzorcowego roztworu cukru inwertowanego używa się roztworu próbki, tzn. 25 ml roztworu próbki wprowadza się po biurecie do kolby. Dodaje się 15 ml wody i pozostawia roztwór w stanie wrzenia przez dwie minuty, a następnie miareczkuje się aż do osiągnięcia punktu końcowego zgodnie z opisem w ppkt. 6.1.5.

6.3.2. Jeżeli po dodaniu roztworu błękitu metylenowego utrzymuje się nadal czerwone zabarwienie, użyta próbka ma zbyt wysokie stężenie. W takim przypadku próba jest nieważna i należy powtórzyć ją, używając mniej stężonego roztworu próbki.

Jeżeli do uzyskania czerwonego zabarwienia potrzebne jest więcej niż 50 ml roztworu próbki, należy użyć bardziej stężonego roztworu próbki.

Obliczyć ilość wody, jaką należy dodać, poprzez odjęcie objętości zmieszanego roztworu Fehlinga (20 ml) i roztworu próbki od objętości 75 ml.

6.4. *Końcowa analiza roztworu próbki*

6.4.1. Do kolby żaroodpornej odmierzyć pipetą 20 ml zmieszanego roztworu Fehlinga oraz ilość wody wyznaczoną w ppkt. 6.3.

6.4.2. Dodać za pomocą biurety zaobserwowane miano roztworu próbki (jak oznaczono w ppkt. 6.3) minus 1 ml. Dodać granulki amortyzujące, wymieszać zawartość delikatnie obracając kolbą, zagotować kolbę z zawartością, a następnie miareczkować jak poprzednio (ppkt 6.3). Punkt końcowy należy osiągnąć po upływie jednej minuty od momentu dodania roztworu błękitu metylenowego. Końcowe miano = V_1.

7. **Przedstawianie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość cukrów redukujących próbki, obliczonych jako cukier inwertowany, podaje wzór:

$$\% \text{ cukrów redukujących (jako cukier inwertowany)} = \frac{V_0 \times 25 \times f}{C_0 \times V_1}$$

gdzie:

C = stężenie roztworu analitycznego próbki w g na 100 ml,

V_o = objętość wzorcowego roztworu inwertowanego użytego do miareczkowania wzorcowego, w ml,

V_1 = objętość roztworu analitycznego próbki użytego w dokładnej analizie według ppkt. 6.4.2,

f = współczynnik korekcji uwzględniający stężenie sacharozy w roztworze analitycznym próbki. Wartości pokazuje tabela poniżej:

Sacharoza (g we wrzącej mieszaninie)	Współczynnik korekcji 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	0,864

Korekty dla różnych zawartości sacharozy w analitycznym roztworze próbki można obliczyć z tabeli metodą interpolacji.

Uwaga:

Przybliżone stężenie sacharozy można obliczyć odejmując stężenie rozpuszczonych ciał stałych związanych z cukrem inwertowanym (do celów niniejszego obliczenia f oceniane jest jako 1,0) od ogólnego stężenia rozpuszczonych ciał stałych, wyrażonego jako sacharoza, uzyskanego na podstawie wskaźnika załamania światła roztworu przy pomocy metody nr 3 niniejszego dokumentu.

7.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach nie przekracza 1,0% ich średniej arytmetycznej.

8. **Uwaga**

Podzielić przez 2,889, aby przekształcić °S w polarymetryczne stopnie łukowe (rurki 200 mm; źródło światła w postaci sodowej lampy próżniowej; przyrząd należy zainstalować w pomieszczeniu, gdzie możliwe jest utrzymanie temperatury w pobliżu 20 °C).

METODA 8

OZNACZANIE RÓWNOWAŻNIKA DEKSTROZY

(Metoda Lane'a i Eynona)

1. **Zakres i obszar zastosowania**

Niniejsza metoda oznacza równoważnik dekstrozy dla:

— syropu glukozowego,

— sproszkowanego syropu glukozowego,

— monohydratu dekstrozy,

— dekstrozy bezwodnej.

2. **Definicja**

2.1. „Zdolnośc redukcji": zawartość cukrów redukujących oznaczona za pomocą określonej metody, wyrażona w kategoriach bezwodnej dekstrozy (D-glukozy) oraz obliczona jako procent masy próbki.

2.2. „Równoważnik dekstrozy": zdolność redukcji, obliczona jako udział procentowy suchej masy próbki.

3. **Zasada**

Roztwór badany miareczkuje się w temperaturze wrzenia w stosunku do określonej objętości mieszanego roztworu Fehlinga, w ściśle określonych warunkach, przy pomocy błękitu metylenowego jako wewnętrznego wskaźnika.

4. **Odczynniki**

4.1. Roztwór Fehlinga*:*

4.1.1. Roztwór A:

Rozpuścić 69,3 g pentahydratu siarczanu miedzi II ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) w wodzie i dopełnić do 1000 ml.

4.1.2. Roztwór B:

Rozpuścić w wodzie 346,0 g podwójnego tetrahydratu winianu sodowo-potasowego ($KNaC_4 \cdot 5H_2O$) wraz z 100,0 g wodorotlenku sodowego i dopełnić do 1000 ml. Należy zlewać przejrzysty roztwór znad czasami tworzącego się osadu.

Uwaga:

Te dwa roztwory (ppkt. 4.1.1 i 4.1.2) należy przechowywać w butelkach ze szkła koloru brązowego lub bursztynowego.

4.1.3. Przygotowanie zmieszanego roztworu Fehlinga:

Do czystej, suchej zlewki odmierzyć pipetą 50 ml roztworu B (ppkt 4.1.2), a następnie 50 ml roztworu A (ppkt 4.1.1) i dobrze wymieszać

Uwaga:

Zmieszanego roztworu Fehlinga nie przechowuje się, ale codziennie przygotowuje świeży i wzorcuje (ppkt 6.1).

4.2. *Bezwodna dekstroza* (D-glukoza) ($C_6H_{12}O_6$)

Materiał ten należy przed użyciem suszyć przez cztery godziny w suszarce próżniowej w temperaturze 100 ± 1 °C lub niższej oraz wewnętrznym ciśnieniu wynoszącym około 10 kPa (103 mbar).

4.3. *Wzorcowy roztwór dekstrozy,* 0,600 g/100 ml

Odważyć, z dokładnością 0,1 mg, 0,6 g bezwodnej dekstrozy (ppkt 4.2), rozpuścić ją w wodzie, przenieść roztwór ilościowo do 100-mililitrowej kolby pomiarowej (ppkt 5.4), rozcieńczyć do kreski i wymieszać.

Należy stosować codziennie świeżo przygotowywany roztwór.

4.4. *Roztwór błękitu metylenowego,* 0,1 g/100 ml.

Rozpuścić 0,1 g błękitu metylenowego w 100 ml wody.

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Laboratoryjne kolby żaroodporne z wąską szyjką,* 250 ml.

5.2. *Biureta,* 50 ml, z zatyczką i końcówką wyrównującą, z podziałką co 0,05 ml.

5.3. *Pipety,* z podziałką co 25 i 50 ml.

5.4. *Kolby pomiarowe z pojedynczym oznaczeniem objętości,* 100 i 500 ml.

5.5. *Urządzenie do podgrzewania,* umożliwiające utrzymanie temperatury wrzenia zgodnie z warunkami opisanymi w ppkt. 6.1 i pozwalające na obserwację końcowej zmiany zabarwienia bez konieczności wyjmowania kolby (ppkt 5.1) z ogrzewacza (zobacz ppkt 6.1, uwaga 3).

5.6. *Stoper,* wskazujący z dokładnością co najmniej do sekundy.

6. **Procedura**

6.1. *Wzorcowanie roztworu Fehlinga*

6.1.1. Do czystej, suchej kolby żaroodpornej (ppkt 5.1) odmierzyć pipetą 25 ml roztworu Fehlinga (ppkt 4.1.3).

6.1.2. Napełnić biuretę (ppkt 5.2) wzorcowym roztworem dekstrozy (ppkt 4.3) i skorygować menisk do kreski zerowej.

6.1.3. Do kolby żaroodpornej (ppkt 5.1) wpuścić po biurecie 18 ml wzorcowego roztworu dekstrozy (ppkt 4.3). Wymieszać zawartość obracając kolbą.

6.1.4. Umieścić kolbę żaroodporną na urządzeniu podgrzewającym (ppkt 5.5), uprzednio wyregulowanym tak, aby wrzenie rozpoczęło się w ciągu 120 ± 15 sekund.

Podgrzewacza nie reguluje się więcej w trakcie trwania całego procesu miareczkowania (zobacz uwaga 1).

6.1.5. W momencie rozpoczęcia wrzenia uruchomić stoper od zera.

6.1.6. Gotować zawartość kolby przez 120 sekund zgodnie ze wskazaniem stopera.

Pod koniec tego czasu dodać 1 ml roztworu błękitu metylowego (4.4).

6.1.7. Po 120 sekundach gotowania (według stopera) rozpocząć dodawanie do kolby żaroodpornej (ppkt 5.1) wzorcowego roztworu dekstrozy, przy użyciu biurety (ppkt 6.1.2), w porcjach 0,5 ml, aż do momentu pozbycia się barwy błękitu metylenowego (zobacz uwagi 2 i 3).

Odnotować ogólną objętość dodanego roztworu wzorcowego dekstrozy, łącznie z przedostatnią dawką 0,5 ml (X ml).

6.1.8. Powtórzyć czynności według ppkt. 6.1.1 i 6.1.2.

6.1.9. Wprowadzić po biurecie do kolby żaroodpornej (ppkt 5.1) objętość wzorcowego roztworu dekstrozy równą (X – 0,3) ml.

6.1.10. Powtórzyć czynności według ppkt. 6.1.4, 6.1.5 oraz 6.1.6.

6.1.11. Po 120 sekundach gotowania (według stopera) rozpocząć dodawanie do kolby żaroodpornej (ppkt 5.1) wzorcowego roztworu dekstrozy, przy użyciu biurety (ppkt 6.1.2), w porcjach początkowo 0,2 ml aż do końcowej porcji po kropli, do momentu pozbycia się barwy błękitu metylenowego.

Pod koniec tej czynności czas między dodawaniem kolejnych porcji wzorcowego roztworu dekstrozy powinien wynosić 10-15 sekund.

Dodawanie należy zakończyć w ciągu 60 sekund, a łączny czas gotowania nie powinien być dłuższy niż 180 sekund.

Do osiągnięcia tego może być konieczne trzecie miareczkowanie przy pomocy dodania nieco większej, odpowiednio dostosowanej, początkowej porcji roztworu wzorcowego dekstrozy (ppkt 6.1.9).

6.1.12. Odnotować objętość (V_o ml) wzorcowego roztworu dekstrozy użytego do punktu końcowego ostatniego miareczkowania (zobacz uwaga 4).

6.1.13. V_o mieści się między 10,0 a 21,0 ml wzorcowego roztworu dekstrozy (ppkt 4.3).

Jeśli V_o wykracza poza ten zakres, należy odpowiednio wyregulować stężenie roztworu Fehlinga A (ppkt 4.1.1) i powtórzyć proces wzorcowania.

6.1.14. Do codziennego wzorcowania zmieszanego roztworu Fehlinga, ponieważ objętość V_o jest dokładnie znana, wymagane jest jedno miareczkowanie za pomocą dodania początkowej porcji (V_o – 0,5) ml wzorcowego roztworu dekstrozy.

Uwaga 1:

Zapewnia to, że od momentu rozpoczęcia wrzenia para wydziela się w sposób energiczny i ciągły przez cały czas trwania procesu miareczkowania, zapobiegając w ten sposób w maksymalnym stopniu przedostawaniu się powietrza do środka kolby i w konsekwencji ponownemu utlenianiu jej zawartości.

Uwaga 2:

Zniknięcie zabarwienia błękitu metylenowego jest najlepiej widoczne przy obserwacji górnych warstw i menisku zawartości kolby do miareczkowania, ponieważ są one raczej pozbawione strąconego czerwonego tlenku miedzi I. Zanik zabarwienia łatwiej jest zaobserwować przy zastosowaniu bezpośredniego oświetlenia. Pomocny jest biały ekran ustawiony za kolbą.

Uwaga 3:

Podczas oznaczania należy w miarę możności trzymać biuretę z dala od źródła ogrzewania.

Uwaga 4:

Ze względu na czynnik indywidualny, każdy analityk powinien przeprowadzić swoje własne wzorcowe miareczkowanie i stosować w obliczeniach (ppkt 7.1) własną wartość V_o.

6.2. *Wstępne badanie przygotowanej próbki*

6.2.1. Jeżeli zdolność redukująca (ppkt 2.1) przygotowanej próbki nie jest znana w przybliżeniu, konieczne jest przeprowadzenie wstępnego badania w celu uzyskania takiej przybliżonej wartości po to, aby móc obliczyć masę porcji do badania (ppkt 6.3).

Badanie takie przeprowadza się następująco:

6.2.2. Przygotować 2% m/v roztwór próbki, posiadający przybliżoną wartość „Z".

6.2.3. Jak w ppkt. 6.1.2, używając roztworu próbki (ppkt 6.2.2) zamiast wzorcowego roztworu dekstrozy.

6.2.4. Jak w ppkt. 6.1.1.

6.2.5. Jak w ppkt. 6.1.3, używając 10,0 ml roztworu próbki zamiast 18,0 ml wzorcowego roztworu dekstrozy.

6.2.6. Jak w ppkt. 6.1.4.

6.2.7. Podgrzać zawartość kolby do wrzenia. Dodać 1 ml roztworu błękitu metylenowego (ppkt 4.4).

6.2.8. Natychmiast po rozpoczęciu wrzenia uruchomić stoper (ppkt 5.6) od zera i przy pomocy biurety rozpocząć dodawanie roztworu próbki do kolby, dodając porcjami 1,0 ml w odstępach około 10-sekundowych, aż do zaniku niebieskiego zabarwienia błękitu metylenowego.

Odnotować całkowitą objętość dodanego roztworu próbki, łącznie z przedostatnią porcją (Y ml).

6.2.9. „Y" nie może przekraczać 50 ml. Jeżeli przekracza, należy zwiększyć stężenie roztworu próbki i powtórzyć miareczkowanie.

6.2.10. Przybliżoną zdolność redukcji przygotowanej próbki, w procencie masy, podaje wzór:

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

6.3. *Porcja do badań*

Odważyć, z dokładnością do 0,1 mg, masę przygotowanej próbki (mg), która zawiera od 2,85 do 3,15 g cukrów redukujących, wyrażonych jako bezwodna dekstroza (D-glukoza), używając do obliczeń znanej w przybliżeniu wartości zdolności redukującej (ppkt 2.1) bądź przybliżonej wartości uzyskanej w ppkt. 6.2.10.

6.4. *Roztwór do badań*

Rozpuścić porcję badaną w wodzie i uzupełnić do 500-mililitrowej w kolbie pomiarowej.

6.5. *Oznaczanie*

6.5.1. Jak w ppkt. 6.1.1.

6.5.2. Napełnić biuretę (ppkt 5.2) roztworem badanym (ppkt 6.4) i ustawić menisk na kresce zerowej.

6.5.3. Wprowadzić po biurecie 18,5 ml roztworu badanego do kolby żaroodpornej. Wymieszać zawartość obracając kolbą.

6.5.4. Jak w ppkt. 6.1.4.

6.5.5. Jak w ppkt. 6.1.5.

6.5.6. Jak w ppkt. 6.1.6.

6.5.7. Jak w ppkt. 6.1.7, używając roztworu do badań zamiast wzorcowego roztworu dekstrozy.

6.5.8. Jak w ppkt. 6.1.8.

6.5.9. Jak w ppkt. 6.1.9, używając roztworu do badań zamiast wzorcowego roztworu dekstrozy.

6.5.10. Jak w ppkt. 6.1.10.

6.5.11. Jak w ppkt. 6.1.11, używając roztworu do badań zamiast wzorcowego roztworu dekstrozy.

6.5.12. Odnotować objętość (V_1) roztworu badanego użytego do punktu końcowego ostatniego miareczkowania.

6.5.13. Objętość V_1 wynosi od 19,0 do 21,0 ml roztworu badanego.

Jeżeli objętość V_1 wykracza poza ten zakres, należy odpowiednio dostosować stężenie roztworu badanego i powtórzyć czynności według ppkt. 6.5.1-6.5.12.

6.5.14. Przeprowadzić dwa oznaczenia na tym samym roztworze badanym.

6.6. *Zawartość suchej masy*

Określić, za pomocą metody 2, zawartość suchej masy w przygotowanej próbce.

7. **Przedstawianie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

7.1.1. Zdolność redukcyjna

Zdolność redukcyjną, obliczoną jako procent masy przygotowanej próbki, podaje wzór:

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

gdzie:

V_o = objętość wzorcowego roztworu dekstrozy (ppkt 4.3) użytego do miareczkowania wzorcowego (ppkt 6.1), w ml,

V_1 = objętość roztworu badanego (ppkt 6.4) użytego w miareczkowaniu oznaczającym (ppkt 6.5), w ml,

M = masa porcji badanej (ppkt 6.3) użytej do sporządzenia 500 ml roztworu badanego, w gramach.

7.1.2. Równoważnik dekstrozy

Równoważnik dekstrozy, obliczony jako procent masy w suchej masie w przygotowanej próbce, podaje wzór:

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

gdzie:

RP = zdolność redukcyjna, obliczona jako procent masy przygotowanej próbki (ppkt 7.1.1),

D = zawartość suchej masy przygotowanej próbki, jako procent masy.

7.1.3. Jako wynik podaje się średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń przy zastrzeżeniu, że spełniony jest warunek powtarzalności (ppkt 7.2).

7.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach, nie przekracza 1,0 % ich średniej arytmetycznej.

METODA 9

OZNACZANIE POPIOŁU SIARCZANOWEGO

1. **Zakres i obszar zastosowania**

Metoda pozwala oznaczyć zawartość popiołu siarczanowego dla:

— syropu glukozowego,

— sproszkowanego syropu glukozowego,

— monohydratu dekstrozy,

— dekstrozy bezwodnej.

2. **Definicja**

„Zawartość popiołu siarczanowego": zawartość popiołu siarczanowego oznaczona za pomocą określonej metody.

3. **Zasada**

Masa resztkowa porcji badanej jest oznaczana po spopieleniu w atmosferze utleniającej, w temperaturze 525 °C, w obecności kwasu siarkowego, a następnie obliczana jako procent masy próbki.

4. **Odczynniki**

4.1. *Kwas siarkowy*, roztwór rozcieńczony: powoli i ostrożnie dodawać 100 ml stężonego kwasu siarkowego (gęstość w temperaturze 20 °C = 1,84 g/ml; 96% m/m) do 300 ml wody, mieszając i ochładzając.

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Elektryczny piec muflowy*, wyposażony w pirometr i posiadający zdolność działania w temperaturze 525 ± 25 °C.

5.2. *Waga analityczna*, dokładność 0,1 mg.

5.3. *Tygle do spopielania*, platynowe lub kwarcowe, o odpowiedniej pojemności.

5.4. *Eksykator*, zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy lub równoważny środek osuszający, wyposażony we wskaźnik zawartości wody.

6. **Procedura**

Podgrzać tygiel (ppkt 5.3) do temperatury spopielania, ochłodzić w eksykatorze i zważyć. Odważyć do tygla, z dokładnością do 0,1 mg, 5 g syropu glukozowego lub syropu glukozowego w proszku bądź około 10 g monohydratu dekstrozy lub dekstrozy bezwodnej.

Dodać 5 ml roztworu kwasu siarkowego (ppkt 4.1) (zobacz uwaga 8.1) i ostrożnie podgrzać próbkę w tyglu nad płomieniem lub na płycie grzejnej, aż do całkowitego jej zwęglenia. Ten proces zwęglania, podczas którego pary z próbki ulegają spaleniu (zobacz uwaga 8.2), powinien być przeprowadzany pod wyciągiem laboratoryjnym.

Umieścić tygiel (ppkt 5.3) w piecu muflowym (ppkt 5.1) podgrzanym do temperatury 525 ± 25 C, aż do czasu uzyskania białego popiołu. Zwykle zajmuje to dwie godziny (zobacz uwaga 8.3).

Pozostawić próbkę na 30 minut do ochłodzenia w eksykatorze (ppkt 5.4), a następnie zważyć.

7. **Przedstawianie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość popiołu siarczanowego wyrażona jako procent masy analizowanej próbki jest podana wzorem:

$$S = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

gdzie:

m_1 = masa popiołu w gramach,

m_o = masa porcji badanej w gramach.

7.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach nie przekracza 2% ich średniej arytmetycznej.

8. **Uwagi**

8.1. Aby zapobiec nadmiernemu tworzeniu piany, dodaje się w niewielkich ilościach kwas siarkowy.

8.2. Podczas pierwszego zwęglania należy podjąć wszelkie niezbędne środki, aby zapobiec stracie próbki lub popiołu poprzez nadmierne spęcznianie próbki.

8.3. Jeżeli trudno jest całkowicie spopielić próbkę (tzn. pozostają czarne cząsteczki), należy wyjąć tygiel z pieca muflowego, pozostałości po schłodzeniu zwilżyć kilkoma kroplami wody i umieścić ponownie w piecu.

METODA 10

OZNACZANIE POLARYZACJI

1. **Zakres i obszar zastosowania**

Metoda pozwala oznaczać polaryzację dla:

— cukru półbiałego,

— cukru lub cukru białego,

— cukru rafinowanego.

2. **Definicja**

Polaryzacja jest to obrócenie płaszczyzny światła spolaryzowanego przez roztwór cukru zawierającego 26 g cukru na 100 ml i znajdującego się w rurce o długości 200 mm.

3. **Zasada**

Polaryzację oznacza się za pomocą sacharymetru lub polarymetru zależnie od warunków opisanych w następującej metodzie.

4. **Odczynniki**

4.1. *Środek klarujący:* roztwór zasadowego octanu ołowiu.

Do około 1000 ml świeżo zagotowanej wody dodać 560 g sproszkowanego zasadowego octanu ołowiu. Gotować mieszaninę przez 30 minut, a następnie pozostawić na noc.

Zlać sklarowaną nad osadem ciecz i rozcieńczyć świeżo zagotowaną wodą, w celu uzyskania roztworu o gęstości 1,25 g/ml, w temperaturze 20 °C.

Zabezpieczyć roztwór przed kontaktem z powietrzem.

4.2. *Eter dietylu*

5. **Aparatura laboratoryjna**

5.1. *Sacharymetr wyskalowany na normalną masę 26 g sacharozy* lub *polarymetr.*

Przyrząd należy zainstalować w pomieszczeniu umożliwiającym utrzymanie temperatury w pobliżu 20 °C. Wzorcować przyrząd przy pomocy standardowych płytek kwarcowych.

5.2. *Źródło światła,* w postaci sodowej lampy próżniowej.

5.3. *Rurki precyzyjne polarymetru* długości 200 mm, przy błędzie nieprzekraczającym ± 0,02 mm.

5.4. *Waga analityczna,* dokładność 0,1 mg.

5.5. *Indywidualnie wzorcowane 100-mililitrowe kolby kolorymetryczne z zatyczkami*. Kolb o rzeczywistej pojemności w zakresie 100,00 ± 0,01 ml można używać bez korekty. Kolby o pojemności wykraczającej poza ten zakres muszą być używane z odpowiednią korekcją pojemności do 100 ml.

5.6. *Kąpiel wodna,* z regulacją termostatyczną, w temperaturze 20 ± 0,1 °C.

6. **Procedura**

6.1. *Przygotowanie roztworu*

Odważyć możliwie jak najszybciej 26 ± 0,002 g próbki i przenieść ją ilościowo do 100-mililitrowej kolby pomiarowej (ppkt 5.5), zawierającej około 60 ml wody.

Rozpuścić zawirowując, bez podgrzewania.

W przypadku gdy konieczne jest klarowanie, dodać 0,5 ml odczynnika octanu ołowiu (ppkt 4.1).

Wymieszać zawartość obracając kolbą i opłukiwać ściany kolby, aż do osiągnięcia objętości takiej, że menisk znajduje się około 10 mm poniżej znaku kalibracyjnego.

Umieścić kolbę w kąpieli wodnej ustawionej (ppkt 5.6) na temperaturę 20 ± 0,1 °C, aż do ustalenia się temperatury roztworu cukru.

Za pomocą kropli eteru dietylu (ppkt 4.2) usunąć wszelkie pęcherzyki powstałe na powierzchni cieczy.

Dopełnić objętość wodą.

Zakorkować i wymieszać dokładnie, odwracając co najmniej trzykrotnie kolbę do góry dnem.

Odstawić na pięć minut.

6.2. *Polaryzacja*

Przy wszystkich kolejnych operacjach utrzymywać temperaturę 20 ± 1 °C.

6.2.1. Wyzerować przyrząd.

6.2.2. Przefiltrować próbkę przez bibułę. Odrzucić pierwsze 10 ml przesączu. Zebrać następne 50 ml.

6.2.3. Zmyć rurkę polarymetru, przepłukując ją dwukrotnie roztworem próbki, która ma być badana.

6.2.4. Napełnić rurkę ostrożnie w temperaturze 20 ± 0,1 °C roztworem próbki, który ma być badany.

Usunąć wszystkie pęcherzyki powietrza, przesuwając na miejsce płytkę końcową. Umieścić napełnioną rurkę na widełkach przyrządu.

6.2.5. Odczytać obrócenie w zakresie 0,05°S lub 0,02 stopni kątowych. Powtórzyć następne cztery razy. Obliczyć średnią z pięciu odczytów.

7. **Przedstawianie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Wyniki wyrażane są w stopniach S z przybliżeniem do 0,1°S. Aby przekształcić stopnie kątowe w stopnie S, stosuje się następujący wzór:

$$^{\circ}S = \text{stopień łukowy} \times 2{,}889$$

7.2. *Powtarzalność*

Różnica między wynikami dwóch oznaczeń przeprowadzonych równocześnie lub w krótkim odstępie czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka i w tych samych warunkach, przy czym oba oznaczenia stanowią średnią pięciu odczytów, nie przekracza 0,1°S.