31979L0796

L 239/24 ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV 22.9.1979

PRVÁ SMERNICA KOMISIE

z 26. júla 1979,

stanovujúca analytické metódy testovania určitých cukrov určených na humánnu spotrebu, platná v rámci spoločenstva

79/796/EHS

KOMISIA EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu rady 73/437/EHS z 11. decembra 1973 o aproximácii práva v členských štátoch, týkajúcu sa určitých cukrov určených na humánnu spotrebu ([1]) a najmä na jej článok 11,

keďže článok 11 tejto smernice stanovuje, že zloženie určitých cukrov bude kontrolované analytickými metódami určenými spoločenstvom;

keďže na základe ukončených štúdií je žiaduce prijať počiatočné série metód;

keďže metóda stanovenia typu farby cukru alebo bieleho cukru a extra-bieleho cukru, metóda merania mernej vodivosti popola v extra-bielom cukre, v roztoku cukru, v roztoku invertného cukru a v sirupe invertného cukru a metóda stanovenia farby roztoku extra-bieleho cukru a roztoku cukru sú uvedené v prílohe k smernici 73/437/EHS;

na druhej strane, keďže do obdobia formulovania ďalších metód stanovenia redukujúcich cukrov v rámci spoločenstva by bolo vhodné umožniť členským štátom, aby mali právo používať Laneho a Eynoneho metódu (metódy 7 a 8 v prílohe II, III.3 a III.4) namiesto Luff-Schoorleho metódy (metóda 6 v prílohe II, III.3 a III.4);

keďže analytické metódy uvedené v tejto smernici sú v súlade s vyjadrením Stáleho výboru pre potraviny,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

1. Členské štáty požadujú, aby analýzy, ktoré sú nevyhnutné na kontrolu kritérií uvedených v prílohe I, boli vykonané podľa metód opísaných v prílohe II k tejto smernici.

2. Nezáväzne od druhého bodu, Luff-Schoorleho metóda (príloha II, metóda 6) sa bude používať pri stanovení redukujúcich cukrov v nasledovných cukroch:

— cukru,

— bieleho cukru,

— invertného cukru,

— bieleho invertného cukru,

— invertného cukru,

— sirup,

— sušenej glukózy,

— dextrózy,

— dextróza.

Členské štáty môžu však na svojom území na stanovenie redukujúcich cukrov v jednom alebo viacerých vyššie uvedených cukroch požadovať použitie Laneho a Eynoneho metódy (príloha II, metóda 7 a/alebo 8, podľa vhodnosti).

3. Ak členský štát využije možnosť uvedenú v druhom bode odseku 2, bude okamžite o tom informovať komisiu a ostatné členské štáty.

([1]) Ú. v. ES L 356, 27.12.1973, s. 71.

Článok 2

Členské štáty uvedú do platnosti zákony, nariadenia alebo administratívne opatrenia, ktoré sú nevyhnutné na dosiahnutie súladu s touto smernicou, najneskôr do 18 mesiacov od jej oznámenia. Bezodkladne budú o tom informovať komisiu.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 26. júla 1979.

Za komisiu

Etienne DAVIGNON

člen komisie

PRÍLOHA I

ROZSAH ANALYTICKÝCH METÓD NA URČITÉ CUKRY URČENÉ NA HUMÁNNU SPOTREBU, PLATNÝCH V RÁMCI SPOLOČENSTVA

I.	**Stanovenie straty hmotnosti sušením v:**	
	— polobielom cukre — cukre alebo bielom cukre — extra-bielom cukre	(použitá metóda 1, príloha II)
II.	**Stanovenie sušiny v:**	
II.1.	— glukózovom sirupe — sirupe sušenej glukózy — monohydráte dextrózy — bezvodej dextróze	(použitá metóda 2, príloha II)
II.2.	— roztoku cukru alebo roztoku bieleho cukru — roztoku invertného cukru alebo roztoku bieleho invertného cukru — sirupe invertného cukru alebo sirupe bieleho invertného cukru	(použitá metóda 3, príloha II)
III.	**Meranie redukujúcich cukrov v:**	
III.1.	— polobielom cukre	(použitá metóda 4, príloha II)
III.2.	— cukre alebo bielom cukre — extra-bielom cukre	(použitá metóda 5, príloha II)
III.3.	— roztoku cukru — roztoku bieleho cukru — roztoku invertného cukru — roztoku bieleho invertného cukru — sirupe invertného cukru — sirupe bieleho invertného cukru	(použitá metóda 6 alebo 7, príloha II)
III.4.	— glukózovom sirupe — sirupe sušenej glukózy — monohydráte dextrózy — bezvodej dextróze	(použitá metóda 6 alebo 8, príloha II)
IV.	**Stanovenie síranového popola v:**	
	— glukózovom sirupe — sirupe sušenej glukózy — monohydráte dextrózy — bezvodej dextróze	(použitá metóda 9, príloha II)
V.	**Stanovenie polarizácie v:**	
	— polobielom cukre — cukre alebo bielom cukre — extra-bielom cukre	(použitá metóda 10, príloha II)

PRÍLOHA II

ANALYTICKÉ METÓDY KONTROLY ZLOŽENIA URČITÝCH CUKROV URČENÝCH NA KONZUMÁCIU

ÚVOD

1. **Príprava vzorky na analýzu**

Vzorku dodanú do laboratória dôkladne zmiešajte.

Odoberte najmenej 200 g vzorky a preneste ihneď do čistej, suchej, vlhkovzdornej nádoby so vzduchotesným uzáverom.

2. **Reagenty a aparatúra**

V opise aparatúry sa uvádzajú len špeciálne nástroje a aparatúra alebo taká aparatúra, ktorá požaduje špeciálne normy.

Tam, kde sa uvádza voda, znamená to destilovanú vodu alebo demineralizovanú vodu prinajmenšom ekvivalentnej čistoty.

Všetky reagenty budú mať analytickú reagenčnú kvalitu, ak nebudú špecifikované inak.

Tam, kde sa uvádza roztok reagentu bez ďalšieho označenia, mieni sa tým vodný roztok.

3. **Vyjadrenie výsledkov**

Výsledok uvedený v oficiálnej analytickej správe predstavuje strednú hodnotu získanú z nie menej ako dvoch uspokojivých opakovaných stanovení.

Ak nie je uvedené inak, výsledky budú vyjadrené ako hmotnostné percento pôvodnej vzorky dodanej do laboratória.

Počet platných číslic v takto vyjadrenom výsledku bude určený presnosťou metódy.

METÓDA 1

STANOVENIE STRATY HMOTNOSTI SUŠENÍM

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Metóda stanovuje stratu hmotnosti sušením v:

— polobielom cukre,

— cukre alebo bielom cukre,

— extra-bielom cukre.

2. **Definícia**

„Strata hmotnosti sušením“: hodnota straty hmotnosti sušením, ako je to stanovené špecifikovanou metódou.

3. **Princíp**

Strata hmotnosti sušením je stanovená sušením pri teplote 103 ± 2°C.

4. **Aparatúra**

4.1. *Analytické váhy* s presnosťou do 0,1 mg.

4.2. Vhodne vetraná sušiareň s termostatickou reguláciou a schopnosťou udržovať teplotu pri 103 ± 2°C.

4.3. *Kovová navažovacia miska* s plochým dnom, odolná voči vzorke a testovacím podmienkam, s priemerom aspoň 100 mm, hĺbky aspoň 30 mm.

4.4. *Exsikátor s* obsahom čerstvo aktivovaného silikagélu alebo ekvivalentného desikantu s indikátorom obsahu vody.

5. **Postup**

Pozn.: Činnosti opísané v časti 5.3 až 5.7 musia byť uskutočnené okamžite po otvorení nádoby so vzorkou.

5.1. Vysušte misku (4.3) v sušiarni (4.2) na konštantnú hmotnosť pri teplote 103 ± 2°C.

5.2. Nechajte misku vychladnúť v exsikátore (4.4) 30 až 35 minút a potom odvážte s presnosťou na 0,1 mg.

5.3. Do misky odvážte približne 20 až 30 g vzorky s presnosťou na 0,1 mg.

5.4. Vložte misku do sušiarne (4.2) pri teplote 103 ± 2°C na 3 hodiny.

5.5. Nechajte vychladnúť v exsikátore (4.4) a odvážte s presnosťou na 0,1 mg.

5.6. Vložte misku do sušiarne pri teplote 103 plus/mínus 2°C na 30 minút.

Nechajte vychladnúť v exsikátore (4.4) a odvážte s presnosťou na 0,1 mg. Túto činnosť opakujte, pokiaľ rozdiely medzi dvomi meraniami sú vyššie ako 1 mg. V prípade, že sa objaví zvýšenie hmotnosti, bude pri výpočte použitá najnižšia zaznamenaná hodnota.

5.7. Neprekročte celkový čas sušenia štyri hodiny.

6. **Vyjadrenie výsledkov**

6.1. *Vzorec a metóda výpočtu*

Strata hmotnosti sušením, ako hmotnostné percento vzorky, je stanovená nasledujúcim vzorcom:

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

kde:

m_0 je počiatočná hmotnosť testovanej dávky v gramoch,

m_1 je hmotnosť testovanej dávky po sušení v gramoch.

6.2. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,02 g na 100 g vzorky.

METÓDA 2

STANOVENIE SUŠINY

Metóda vákuovej sušiarne

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Metóda stanovuje obsah sušiny v:

— glukózovom sirupe,

— sirupe sušenej glukózy,

— monohydráte dextrózy,

— bezvodej dextróze.

2. **Definícia**

„Obsah sušiny“: obsah sušiny ako je stanovený špecifikovanou metódou.

3. **Princíp**

Sušina je stanovená vo vákuovej sušiarni pri teplote 70 ± 1° C pri tlaku, ktorý neprekročí hodnotu 3,3 kPa (34 mbar). V prípade glukózového sirupu alebo sirupu sušenej glukózy sa testované dávky pred sušením premiešajú s vodou a diatomitom.

4. **Reagenty**

4.1. *Diatomit*: vložte do Buchnerovho lievika a purifikujte opakovaným premývaním zriedenou kyselinou chlorovodíkovou (1 ml koncentrovanej kyseliny hustoty pri 20 °C = 1,19 g/ml na 1 liter vody). Úprava je ukončená, ak splašky zostanú úplne kyslé. Premývajte vodou, pokiaľ hodnota pH filtrovanej vody je vyššia ako 4. Vysušte v sušiarni pri teplote 103 ± 2° C a uchovajte vo vzduchotesnej nádobe.

5. **Aparatúra**

5.1. *Vákuová sušiareň* hermeticky uzavretá, s termostatickou reguláciou a vybavená s teplomerom a vákuovým manometrom. Konštrukcia sušiarne musí zabezpečiť rýchlu prestupnosť tepla do navažovacích misiek umiestnených na poličkách.

5.2. *Zariadenie na sušenie vzduchom* pozostávajúce so sklenenej veže plnenej čerstvo aktivovaným silikagélom alebo ekvivalentným desikantom obsahujúcim indikátor obsahu vody. Táto veža je namontovaná do série so vzdušnou práčkou obsahujúcou koncentrovanú kyselinu sírovú a je pripojená ku vzdušnému vývodu sušiarne.

5.3. *Vákuová pumpa* umožňujúca udržať tlak v sušiarni pri hodnote 3,3 kPa (34 mbar) alebo nižšej.

5.4. *Kovová navažovacia miska* s plochým dnom, odolná voči vzorke a testovacím podmienkam, s priemerom aspoň 100 mm, hĺbky aspoň 300 mm.

5.5. *Sklený drôt* takej dĺžky, aby miska nemohla úplne padnúť do nádoby.

5.6. *Exsikátor* s obsahom čerstvo aktivovaného suchého silikagélu alebo ekvivalentného sušiva s indikátorom obsahu vody.

5.7. *Analytické váhy* s presnosťou do 0,1 mg.

6. **Postup**

6.1. Nasypte približne 30 g diatomitu (4.1) do navažovacej misky (5.4), na ktorú je pripevnený sklený drôt (5.5). Vložte do sušiarne (5.1) pri teplote 70 plus/mínus 1° C a znížte tlak na hodnotu 3,3 kPa (34 mbar) alebo nižšiu.

Sušte aspoň päť hodín pri súčasnom vťahovaní pomalého prúdu vzduchu do sušiarne cez zariadenie na sušenie vzduchom. Občas kontrolujte tlak a v prípade nutnosti ho korigujte.

6.2. Obnovte atmosferický tlak v sušiarni opatrným zvýšením prívodu suchého vzduchu. Ihneď preneste nádobu spolu so skleným drôtom do exsikátora (5.6). Nechajte vychladnúť a potom odvážte.

6.3. Odvážte s presnosťou na 1 mg približne 10 g vzorky určenej na analýzu do 100 ml kadičky.

6.4. Zrieďte testovanú dávku v 10 ml teplej vody a preneste roztok kvantitatívne do navažovacej nádoby opatrenej skleneným drôtom (5.5).

6.5. Preneste nádobu obsahujúcu testovanú dávku a sklenený drôt do sušiarne a znížte tlak na hodnotu 3,3 kPa (34 mbar) alebo nižší. Sušte pri teplote 70 ± 1° C pri súčasnom vťahovaní pomalého prúdu suchého vzduchu do sušiarne.

Proces sušenia by mal trvať 20 hodín. Väčšina strát by sa mala objaviť na konci prvého dňa. Bude nevyhnutné udržať vákuovú pumpu v chode pri nastavenej hodnote tlaku a nechať vťahovať pomalý prúd suchého vzduchu tak, aby sa aj počas noci udržala hodnota tlaku približne 3,3 kPa (34 mbar) alebo nižšia.

6.6. Obnovte atmosferický tlak v sušiarni opatrným zvýšením prívodu suchého vzduchu. Ihneď preneste nádobu spolu s obsahom do exsikátora. Nechajte vychladnúť a potom odvážte s presnosťou na 1 mg.

6.7. Pokračujte v operácii (6.5) ďalšie štyri hodiny. Obnovte atmosferický tlak v sušiarni a ihneď preneste nádobu do exsikátora. Nechajte vychladnúť a potom odvážte. Presvedčte sa, či bola dosiahnutá konštantná hmotnosť. Za uspokojivé dosiahnutie konštantnej hmotnosti sa považuje výsledok, ak rozdiel medzi dvomi váženiami tej istej nádoby nie je vyšší ako 2 mg. Ak je rozdiel vyšší, opakujte postup 6.7.

6.8. Pri stanovení sušiny v bezvodej dextróze alebo v monohydráte dextrózy sa použitie diatomitu a vody nepožaduje.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorec a metóda výpočtu*

Obsah sušiny vyjadrený ako percentuálny podiel hmoty vzorky je stanovený nasledujúcim vzorcom:

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

kde:

m_0 = počiatočná hmotnosť testovanej dávky udaná v gramoch,

m_1 = hmotnosť navažovacej nádoby spolu s diatomitom, skleneným drôtom a zvyškom testovanej dávky po sušení, udaná v gramoch,

m_2 = hmotnosť navažovacej misky spolu s diatomitom a skleneným drôtom, udaná v gramoch.

7.2. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,12 g na 100 g vzorky.

METÓDA 3

STANOVENIE CELKOVEJ SUŠINY

(Refraktometrická metóda)

1. **Rozsah a možnosť použitia**

Metóda stanovuje sušinu v:

— roztoku cukru,

— roztoku bieleho cukru,

— roztoku invertného cukru,

— roztoku bieleho invertného cukru,

— sirupe invertného cukru,

— sirupe bieleho invertného cukru.

2. **Definícia**

„Obsah sušiny“: obsah sušiny, ako je stanovený špecifikovanou metódou.

3. **Princíp**

Index lomu testovanej dávky je stanovený pri 20° C a prevedený na obsah sušiny podľa tabuliek udávajúcich koncentráciu ako funkciu indexu lomu.

4. **Aparatúra**

4.1. *Refraktometer,* s presnosťou na štyri desatinné miesta, opatrený teplomerom a pumpou na cirkuláciu vody, spojený s termostaticky riadeným vodným kúpeľom s teplotou 20 plus/mínus 0,5° C.

4.2. *Zdroj svetla obsahujúci sodíkovú vákuovú lampu.*

5. **Postup**

5.1. Ak sú vo vzorke prítomné kryštály, rozpustite ich zriedením vzorky v pomere 1:1 (m/m).

5.2. Zmerajte index lomu vzorky v refraktometri (4.1) pri teplote 20° C.

6. **Vyjadrenie a výpočet výsledkov**

6.1. Vypočítajte obsah sušiny z indexu lomu sacharózy pri 20° C z tabuľky a korigujte na prítomnosť invertných cukrov tak, že k výsledku získaného z tabuliek pripočítate 0,022 na každé 1 % invertného cukru prítomného vo vzorke, získaného na základe analýzy.

6.2. Ak bola vzorka zriedená v pomere 1:1 (m/m) s vodou, vypočítaný obsah sušiny musí byť násobený dvomi.

6.3. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,2 g sušiny na 100 g vzorky.

REFERENČNÉ TABUĽKY

Indexy lomu *(n)* roztoku sacharózy pri 20° C [1]

n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)
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)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)
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)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)
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)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)
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)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)
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)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)
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)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)	n (20° C)	sacharóza (%)
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]) Hodnoty n v týchto tabuľkách sú vypočítané z rovnice vyvinutej K Rosenhauerom pre ICUMSA, naprogramované a počty uskutočnené Frankom G. Carpenterom z UDSA a zverejnené v Sugar J. 33, 15-22 (jún 1970). Refrakčný index bol meraný pri 20oC pomocou D čiary Na. Brix (% hmotnostnej sacharózy) bolo získané vážením pri 20 C na vzduchu pri tlaku 760 torrov (mm Hg) a 50 % relatívnej vlhkosti. Táto tabuľka nahrádza predchádzajúcu (47.012, 11. vydanie) vydanú v Intern. Sugar J. 39, 22 (1937).

METÓDA 4

MERANIE REDUKUJÚCICH CUKROV VYJADRENÝCH AKO INVERTNÉ CUKRY

(Metóda Berlínskeho inštitútu)

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Metóda stanovuje obsah redukujúcich cukrov vyjadrených ako invertný cukor v polobielom cukre.

2. **Definície**

„Redukujúci cukor vyjadrený ako invertný cukor“: obsah redukujúcich cukrov ako je stanovený špecifickou metódou.

3. **Princíp**

Roztok vzorky, ktorá obsahuje redukujúce cukry, sa použije na redukciu roztoku complexu Cu II. Vytvorený oxid Cu I sa oxiduje štandardným roztokom jódu, nadbytok ktorého sa stanoví spätnou titráciou štandardným roztokom tiosíranu sodného.

4. **Reagenty**

4.1. *Roztok Cu II (Müllerov roztok)*

4.1.1. Rozpustite 35 g pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) v 400 ml vriacej vody. Nechajte vychladnúť.

4.1.2. Rozpustite 173 g tetrahydrátu vínanu sodno-draselného (Rochellova soľ alebo Seignettova soľ; $KNaC_4H_4O_6.4H_2O$) a 68 g bezvodého uhličitanu sodného v 500 ml vriacej vody. Nechajte vychladnúť.

4.1.3. Preneste oba roztoky (4.1.1 a 4.1.2) do jednolitrovej odmernej banky a doplňte do jedného litra vodou. Pridajte 2 g aktívneho uhlíka, potraste, nechajte stáť niekoľko hodín a prefiltrujte cez tenký filtračný papier alebo cez membránový filter.

Ak sa počas uschovania objaví malé množstvo oxidu meďného, je potrebné roztok opätovne prefiltrovať.

4.2. *Roztok kyseliny octovej,* 5 mol/liter.

4.3. *Roztok jódu* 0,01665 mol/liter (t.j. 0,0333 n, 4,2258 g/liter).

4.4. *Roztok tiosíranu sodného* 0,0333 mol/liter.

4.5. *Škrobový roztok*: do jedného litra vriacej vody pridajte zmes 5 g rozpustného škrobu rozsuspendovaného v 30 ml vody. Varte tri minúty, nechajte vychladnúť a pridajte, ak je to potrebné, 10 mg jodidu ortuťnatého na konzervovanie.

5. **Aparatúra**

5.1. *Erlenmeyerova banka,* 300 ml; presné byrety a pipety.

5.2. *Vodný kúpeľ*, varný.

6. **Postup**

6.1. Odvážte dávku vzorky (10 g alebo menej), ktorá obsahuje viac ako 30 mg invertného cukru, preneste do 300 ml Erlenmeyerovej banky a rozpustite ju v približne 100 ml vody.

Napipetujte 10 ml roztoku Cu II (4.1) do banky obsahujúcej roztok vzorky. Zmiešajte obsahy banky vírením a vložte ju do vriaceho vodného kúpeľa (5.2) presne na 10 minút.

Hladina roztoku v Erlenmeyerovej banke by mala byť aspoň 20 mm pod hladinou vody vo vodnom kúpeli. Ochlaďte banku rýchlo pod prúdom chladnej tečúcej vody. Počas tejto operácie by sa roztok nemal miešať, pretože atmosferický kyslík by mohol znovu oxidovať zrazený oxid meďný.

Pridajte 5 ml 5 mol/liter kyseliny octovej (4.2) pipetou bez trepania a ihneď byretou pridajte v nadbytku (medzi 20 až 40 ml) roztok jódu 0,01665 mol/liter (4.3).

Miešaním rozpustite zrazeninu medi. Titrujte nadbytok jódu roztokom tiosíranu sodného 0,0333 mol/liter (4.4) použitím škrobového roztoku (4.5) ako indikátora. Indikátor sa pridáva na konci titrácie.

6.2. Vykonajte slepý pokus s vodou. Toto sa musí uskutočniť s každým novým Cu II roztokom (4.4). Titrácia nemá prekročiť 0,1 ml.

6.3. Kontrolný test vykonajte za chladných podmienok s roztokom cukru. Nechajte stáť pri izbovej teplote 10 minút, aby niektoré prípadné prítomné redukčné činidlá, ako napríklad oxid siričitý, mohli zreagovať.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorec a výpočtová metóda*

Objem spotrebovaného jódu = ml 0,01665 mol/liter jódu pridaného v nadbytku mínus ml 0,0333 mol/liter tiosíranu sodného použitého na titráciu.

Objem (v ml) spotrebovaného jódu 0,01665 mol/liter je korigovaný odčítaním:

7.1.1. počtu ml spotrebovaných v slepom pokuse vykonanom s vodou (6.2).

7.1.2. počtu ml spotrebovaných pri teste za chladných podmienok s roztokom cukru (6.3).

7.1.3. objemu 2,0 ml na každých 10 g sacharózy prítomnej v použitom alikvotnom množstve alebo proporcionálneho množstva v prípade, kedy vzorka obsahuje menej ako 10 g sacharózy (korekcia na sacharózu).

Po týchto korekciách každý ml zreagovaného roztoku jódu (4.3) zodpovedá 1 mg invertného cukru.

Obsah invertného cukru ako percentuálny podiel vo vzorke je daný vzorcom:

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

kde:

V_1 = počet ml roztoku jódu (4.3) po korekcii,

m_0 = hmotnosť použitej vzorky v gramoch.

7.2 *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,02 g na 100 g vzorky.

METÓDA 5

MERANIE REDUKUJÚCICH CUKROV VYJADRENÝCH AKO INVERTNÝ CUKOR

(Knightova a Allenova metóda)

1. Rozsah a oblasť použitia

Metóda stanovuje obsah redukujúceho cukru vyjadrenom ako invertný cukor v:

— cukre alebo bielom cukre,

— extra bielom cukre.

2. Definícia

„Redukujúci cukor vyjadrený ako invertný cukor“: obsah redukujúcich cukrov ako je stanovený špecifickou metódou.

3. Princíp

CU II reagent je pridaný v nadbytku do roztoku vzorky, redukovaná a neredukovaná dávka je spätne titrovaná roztokom EDTA.

4. Reagenty

4.1. Roztok etylén-diamín- tetra kyseliny octovej (dvojsodná soľ) (EDTA) 0,0025 mol/liter: rozpustite 0,930 g EDTA vo vode a doplňte vodou do 1 litra.

4.2. *Indikačný roztok murexidu*: pridajte 0,25 g murexidu do 50 ml vody a zmiešajte s 20 ml vodného roztoku metylénovej modrej koncentrácie 0,2g/100 ml.

4.3. *Alkalický reagent medi*: rozpustite 25 g bezvodého uhličitanu sodného a 25 g tetrahydrátu vínanu sodnodraselného v približne 600 ml vody obsahujúcej 40 ml 1,0 mol/liter hydroxidu sodného. Rozpustite 6,0 g pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) asi v 100 ml vody a pridajte do roztoku vínanu. Zrieďte vodou na jeden liter.

Pozn.: Roztok ma obmedzenú životnosť (jeden týždeň).

4.4. *Štandardný roztok invertného cukru*: rozpustite 23,750 g čistej sacharózy (4.5) asi v 120 ml vody v odmernej banke. Pridajte 9 ml kyseliny chlorovodíkovej (x= 1,16) a nechajte stáť osem dní pri izbovej teplote. Doplňte roztok do 250 ml a skontrolujte ukončenie hydrolýzy polarimetrom alebo sacharimetrom odčítaním v skúmavke objemu 200 ml. Malo by to byť - 11,80 * plus/mínus 0,05 *S (pozri pozn. 8). Napipetujte 200 ml tohto roztoku do odmernej banky objemu 2 000 ml. Zrieďte s vodou a počas trepania (aby sa zabránilo zvýšenej miestnej alkalite) pridajte 71,4 ml roztoku hydroxidu sodného (1 mol/liter), v ktorom boli rozpustené 4 g kyseliny benzoovej. Doplňte do 2 000 ml, aby ste získali roztok invertného cukru 1g/100 ml. Hodnota pH tohto roztoku by mala byť 3.

Tento stabilný zásobný roztok by mal byť riedený iba tesne pred použitím.

4.5. *Čistá sacharóza*: vzorka čistej sacharózy s obsahom invertného cukru nie vyšším ako 0,001 g/100 g.

5. **Aparatúra**

5.1. *Skúmavky*: 150 krát 20 mm.

5.2. *Nádoba z bieleho porcelánu.*

5.3. *Analytické váhy* s presnosťou na 0,1 mg.

6. **Postup**

6.1. Rozpustite v skúmavke (5.1) 5 g vzorky cukru v 5 ml studenej vody. Pridajte 2,0 ml reagentu medi (4.3) a zmiešajte. Ponorte skúmavku do vriaceho vodného kúpeľa na päť minút a potom ochlaďte studenou vodou.

6.2. Roztok v skúmavke preneste kvantitatívne do nádoby z bieleho porcelánu (5.2) pri použití čo najmenšieho množstva vody, pridajte tri kvapky indikátora (4.2) a titrujte roztokom EDTA (4.1). V0 je množstvo ml EDTA použitých na titráciu.

Tesne pred koncovým bodom sa farba roztoku mení zo zelenej cez šedú až na purpurovú v koncovom bode. Purpurová farba čoskoro pomaly zmizne z dôvodu oxidácie Cu I na Cu II oxid rýchlosťou závislou od koncentrácie prítomnej redukovanej medi. Koncový bod titrácie bude preto dosiahnutý pomerne rýchlo.

6.3. Zostrojte kalibračný graf pridaním známych množstiev invertného cukru (ako roztok 4.4 vhodne riedený) do 5 g čistej sacharózy (4.5) a pridajte zodpovedajúce množstvo studenej vody do celkového objemu roztoku 5 ml. Naneste do grafu titračné objemy (v ml) zodpovedajúce percentuálnemu podielu invertného cukru pridaného do 5 g sacharózy: výsledný graf je priamka nad pásmom od 0,001 do 0,019 g/100 g invertného cukru/100 g vzorky.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Metóda výpočtu*

Na kalibračnej krivke odčítajte percentuálny podiel invertného cukru zodpovedajúci objemu V0 ml EDTA stanovenom pri analyzovaní vzorky.

7.2. Ak sa v analyzovanej vzorke očakáva vyššia koncentácia ako 0,017 g invertného cukru/100 g vzorky, množstvo odobratej vzorky podľa postupu (6.1) musí byť primerane zredukované, s výnimkou analyzovanej vzorky doplnenej čistou sacharózou (4.5) na 5 g.

7.3. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,005 g na 100 g vzorky.

8. **Poznámka**

Vydeľte číslom 2,889, aby ste zmenili * S na polarimetrické stupne ARC (presné skúmavky 200mm; zdroj svetla pozostávajúci zo sodíkovej vákuovej lampy; nástroj musí byť inštalovaný v miestnosti, v ktorej sa teplota udržuje okolo 20° C).

METÓDA 6

STANOVENIE REDUKUJÚCICH CUKROV VYJADRENÝCH AKO INVERTNÝ CUKOR ALEBO EKVIVALENT DEXTRÓZY.

(Luff - Schoorleho metóda)

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Metóda stanovuje:

1.1. Obsah redukujúcich cukrov vyjadrených ako invertný cukor v:

— roztoku cukru,

— roztoku bieleho cukru,

— roztoku invertného cukru,

— roztoku bieleho invertného cukru,

— sirupe invertného cukru,

— sirupe bieleho invertného cukru.

1.2. Obsah redukujúceho cukru vyjadrený a prepočítaný (na sušinu) ako ekvivalent dextrózy v:

— glukózovom sirupe,

— sirupe sušenej glukózy

1.3. Obsah redukujúceho cukru vyjadrený ako d-glukóza v:

— monohydráte dextrózy,

— bezvodej dextróze.

2. **Definícia**

„Redukujúce cukry vyjadrené ako invertné cukry, d- glukóza a ekvivalent dextrózy“: obsah redukujúcich cukrov vyjadrený alebo vypočítaný ako invertný cukor, d- glukóza alebo ekvivalent dextrózy, ako je stanovený špecifikovanou metódou.

3. **Princíp**

Redukujúce cukry vo vzorke (vyčírenej, ak je to nevyhnutné) sú zahriate na bod varu za štandardných podmienok s Cu II roztokom, ktorý je čiastočne zredukovaný na Cu I. Nadbytok Cu II je potom stanovený jodometricky.

4. **Reagenty**

4.1. *Carrezov roztok I*: rozpustite 21,95 g dihydrátu octanu zinočnatého ($Zn(CH_3COO)_2.2H_2O$) alebo 24 g trihydrátu octanu zinočnatého ($Zn(CH_3COO)_2.3H_2O$) a 3 ml ľadovej kyseliny octovej vo vode a doplňte vodou do 100 ml.

4.2. *Carrezov roztok II*: rozpustite 10,6 g trihydrátu hexakyanoželezanu II draselného K_4 $[Fe(CN)_6].3H_2O$ vo vode a doplňte vodou do 100 ml.

4.3. *Luff-Schoorleho reagent*: pripravte nasledujúce roztoky:

4.3.1. Roztok síranu meďnatého: rozpustite 25 g bezželezitého pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) v 100 ml vody.

4.3.2. Roztok kyseliny citrónovej: rozpustite 50 g monohydrátu kyseliny citrónovej ($C_6H_8O_7.H_2O$) v 50 ml vody.

4.3.3. Roztok uhličitanu sodného: rozpustite 143,8 g bezvodého uhličitanu sodného asi v 300 ml teplej vody a nechajte vychladnúť.

4.3.4. Jemným vírením pridajte roztok kyseliny citrónovej (4.3.2) do roztoku uhličitanu sodného (4.3.3) v odmernej banke objemu jeden liter. Miešajte, pokým sa neskončí šumenie. Potom pridajte roztok síranu meďnatého (4.3.1) a doplňte vodou do 1 000 ml. Nechajte roztok stáť cez noc a potom v prípade potreby prefiltrujte. Skontrolujte molaritu takto pripraveného reagenta metódou opísanou v 6.1 (Cu 0,1 mol/liter; Na_2CO_3 1 mol/liter).

4.4. *Roztok tiosíranu sodného*, 0,1 mol/liter.

4.5. *Škrobový roztok*: do jedného litra vriacej vody pridajte zmes 5 g rozpustného škrobu rozsuspendovaného v 30 ml vody. Varte tri minúty, nechajte vychladnúť a pridajte, ak je to potrebné, 10 mg jodidu ortuťnatého na konzervovanie.

4.6. *Kyseliná sírová*, 3 mol/liter

4.7. *Roztok jodidu draselného*, 30% (m/v)

4.8. *Kúsky pemzy*, povarené v kyseline chlorovodíkovej, premyté vodou, aby sa odstránila kyselina, a potom vysušené.

4.9. *Izopentanol*

4.10. *Hydroxid sodný*, 0,1 mol/liter

4.11. *Kyselina chlorovodíková*, 0,1 mol/liter

4.12. *Roztok fenolftaleínu*, 1% -ný (m/v) v etanole.

5. **Aparatúra**

5.1 *Erlenmeyerova banka*, 300 ml, vybavená spätným chladičom.

5.2. *Stopky*.

6. **Postup**

6.1. *Štandardizácia Luff-Schoorleho reagenta* (4.3)

6.1.1. Do 25 ml Luff-Schoorleho reagenta (4.3) pridajte 3 g jodidu draselného a 25 ml kyseliny sírovej koncentrácie 3 mol/liter (4.6).

Titrujte tiosíranom sodným 0,1 mol/liter (4.4) pri použití škrobového roztoku (4.5) ako indikátora, pridaného na konci titrácie. Ak objem použitého 0,1 mol/liter tiosíranu sodného nie je 25 ml, reagent sa musí pripraviť znovu.

6.1.2. Napipetujte 10 ml reagentu do odmernej banky objemu 100 ml a zrieďte vodou na objem 100 ml.

Napipetujte 10 ml zriedeného reagentu do 25 ml 0,1 mol/liter kyseliny chlorovodíkovej (4.11) v Erlenmeyerovej banke a zohrievajte jednu hodinu vo vriacom vodnom kúpeli. Ochlaďte, doplňte na pôvodný objem čerstvo prevarenou vodou a titrujte 0,1 mol/liter hydroxidom sodným (4.10) pri použití fenolftaleínu (4.12) ako indikátora.

Objem použitého 0,1 mol/liter hydroxidu sodného (4.10) musí byť medzi 5,5 a 6,5 ml.

6.1.3. Titrujte 10 ml zriedeného reagentu (6.1.2) s 0,1 mol/liter kyseliny chlorovodíkovej (4.11) pri použití fenolftaleínu (4.12) ako indikátora. Koncový bod je charakterizovaný vymiznutím fialovej farby.

6.1.4. Hodnota pH Luff-Schoorleho reagentu pri teplote 20° C musí byť medzi 9,3 až 9,4.

6.2. *Príprava roztoku*

6.2.1. S presnosťou na 1 mg odvážte 5 g vzorky a kvantitatívne preneste do 250 ml odmernej banky s 200 ml vody. Vyčírte, ak je to nevyhnutné, pridaním 5 ml Carrezovho roztoku I (4.1) a následne 5 ml Carrezovho roztoku II (4.2). Zmiešajte po každom pridaní. Doplňte vodou na objem 250 ml. Dôkladne zmiešajte. Ak je to nevyhnutné, prefiltrujte.

6.2.2. Zrieďte roztok (6.2.1) tak, aby 25 ml roztoku obsahovalo nie menej ako 15 mg a nie viac ako 60 mg redukujúcich cukrov vyjadrených ako glukóza.

6.3. *Titrácia Luff-Schoorleho metódou*.

Napipetujte 25 ml Luff-Schoorleho reagentu (4.3) do 300 ml Erlenmeyerovej banky (5.1). Napipetujte 25 ml roztoku cukru (6.2.2) do Erlenmeyerovej banky a vložte dva kúsky pemzy (4.8). Upevnite spätný chladič na Erlenmeyerovu banku (5.1) a ihneď vložte aparatúru na azbestovú drôtenú sieťku nad Bunsenovým horákom. Sieťka má v azbestovej časti vystrihnutý otvor takého istého priemeru ako dno banky. Zohrejte kvapalinu na bod varu počas dvoch minút a nechajte slabo vrieť presne 10 minút. Ochlaďte ihneď v studenej vode a po piatich minútach titrujte takto:

Pridajte 10 ml roztoku jodidu draselného (4.7), potom ihneď opatrne pridajte (z dôvodu šumenia) 25 ml 3 mol/liter kyseliny sírovej (4.6). Titrujte roztokom 0,1 mol/liter tiosíranu draselného (4.4), pokým nie je roztok takmer bezfarebný, potom pridajte niekoľko ml škrobového roztoku (4.5) ako indikátora a pokračujte v titrácii, až pokým nezmizne modrá farba.

Uskutočnite kontrolný test pri použití 25 ml vody namiesto 25 ml roztoku cukru (6.2.2).

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorec a metóda výpočtu*

Z nižšie uvedenej tabuľky zistite (interpoláciou, ak je to nevyhnutné) hmotnosť glukózy alebo invertného cukru v mg zodpovedajúcu rozdielu medzi dvomi titračnými hodnotami, vyjadrenú v ml 0,1 mol/liter tiosíranu sodného.

Vyjadrite výsledok, pokiaľ ide o invertný cukor alebo d-glukózu, ako percentuálny podiel (m/m) sušiny.

7.2. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,2 ml.

8. **Poznámka**

Aby sa redukovalo speňovanie, je možné pred okysličením kyselinou sírovou pridať malý objem izopentanolu (4.9).

Tabuľka hodnôt podľa Luff-Schoorleho reagentu.

0,1 mol/l ($Na_2S_2O_3$)	Glukóza, fruktóza, invertný cukor $C_6H_{12}O_6$	
ml	mg	rozdiel
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

METÓDA 7

MERANIE REDUKUJÚCICH CUKROV VYJADRENÝCH AKO INVERTNÝ CUKOR

(Laneho a Eynonova modifikácia konštantného objemu)

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Metóda stanovuje redukujúce cukry, vyjadrené ako invertný cukor, v:

— roztoku cukru,

— roztoku bieleho cukru,

— roztoku invertného cukru,

— roztoku bieleho invertného cukru,

— sirupe invertného cukru,

— sirupe bieleho invertného cukru.

2. **Definícia**

„Redukujúce cukry, vyjadrené ako invertný cukor“: obsah redukujúcich cukrov tak, ako je stanovený špecifikovanou metódou.

3. **Princíp**

Roztok vzorky sa titruje pri bode varu špecifikovaným objemom Fehlingovho roztoku pri použití metylénovej modrej ako vnútorného indikátora.

4. **Reagenty**

4.1 *Fehlingov roztok:*

4.1.1. Roztok A:

Rozpustite 69,3 g pentahydrátu síranu meďnatého (CuSO4.5H2O) vo vode a doplňte vodou do 1 000 ml.

4.1.2. Roztok B:

Rozpustite 346,0 g tetrahydrátu vínanu sodno-draselného (KNaC4H4O6.4H2O) a 100,0 g hydroxidu sodného vo vode a doplňte do 1 000 ml. Zo sedimentu, ktorý sa môže z času na čas tvoriť, by sa mal dekantovať čistý roztok.

Poznámka:

Tieto dva roztoky by mali byť uchované v hnedých alebo žltých fľašiach.

4.2. *Roztok hydroxidu sodného,* 1 mol/liter.

4.3. *Štandardný roztok* invertného cukru: rozpustite 23,750 g čistej sacharózy asi v 120 ml vody v 250 ml odmernej banke, pridajte 9 ml kyseliny chlorovodíkovej (ξ= 1,16) a nechajte stáť osem dní pri izbovej teplote. Doplňte roztok do 250 ml a skontrolujte ukončenie hydrolýzy polarimetrom alebo sacharimetrom odčítaním v skúmavke 200 mm. Malo by to byť - 11,80 ± 0,05 °S (pozri pozn. 8). Napipetujte 200 ml tohto roztoku do odmernej banky objemu 2 000 ml. Zrieďte s vodou a počas trepania (aby sa zabránilo zvýšenej miestnej alkalite) pridajte 71,4 ml roztoku hydroxidu sodného (1 mol/liter), v ktorom boli rozpustené 4 g kyseliny benzoovej. Doplňte do 2 000 ml, aby ste získali roztok invertného cukru koncentrácie 1 g/100 ml. Hodnota pH tohto roztoku by mala byť približne 3.

Tento stabilný zásobný roztok by mal byť riedený iba tesne pred použitím.

Na prípravu roztoku invertného cukru koncentrácie 0,25 g/100 ml naplňte odmernú banku objemu 250 ml po značku zásobným invertným roztokom koncentrácie 1 g/100 ml pri teplote 20° C. Obsah tejto banky prelejte do odmernej banky objemu 1 000 ml a zrieďte vodou po značku, opäť pri teplote 20° C.

4.4. *Roztok metylénovej modrej, koncentrácia* 1 g/100 ml.

5. **Aparatúra**

5.1. *Úzkohrdlé laboratórne varné banky,* 500 ml.

5.2. *Byreta,* 50 ml, s kohútikom a oddeliteľným koncom, s dielikovanou stupnicou po 0,05 ml.

5.3. *Pipety,* 20, 25, 50 ml.

5.4 *Odmerné banky s ryskou,* 250, 1 000 a 2 000 ml.

5.5. *Ohrievacie zariadenie*, vhodné na udržanie varu podľa podmienok opísaných v 6.1, umožňujúce sledovanie koncového bodu farebnej zmeny bez potreby vyberania varnej banky (5.1) zo zdroja tepla.

5.6. *Stopky,* indikujúce aspoň jednu sekundu.

6. **Postup**

6.1. *Štandardizácia Fehlingovho roztoku*

6.1.1. Napipetujte 50 ml roztoku B (4.1.2) a potom 50 ml roztoku A (4.1.1) do čistej suchej kadičky a dôkladne zmiešajte.

6.1.2. Vymyte a naplňte byretu s 0,25 % -ým (0,25 g/100ml) štandardným roztokom invertného cukru (4.3).

6.1.3. Napipetujte 20 ml pomernej časti zmiešaných roztokov A a B (6.1.1) do 500 ml varnej banky (5.1). Pridajte 15 ml vody. Z byrety vypustite 39 ml roztoku invertného cukru, pridajte malé množstvo sklenených guličiek a obsah banky zmiešajte jemným vírením.

6.1.4. Banku spolu s obsahom zohrejte na bod varu a nechajte vrieť presne dve minúty; banka nesmie byť odstránená z tepelného zdroja počas celého zvyšku pracovného postupu, ani nesmie prestať vrieť.

Na konci dvojminútového času varu pridajte tri až štyri kvapky roztoku metylénovej modrej (4.4): roztok by mal byť definitívne modrej farby.

6.1.5. Pokračujte v štandardizácii pridaním štandardného roztoku invertného cukru z byrety v malých dávkach; najprv 0,2 ml; potom 0,1 ml a na záver po jednotlivých kvapkách až do dosiahnutia koncového bodu. Tento je indikovaný vymiznutím modrej farby získanej z metylénovej modrej. Roztok má potom červenkastú farbu získanú zo suspenzie oxidu meďného.

6.1.6. Koncový bod by sa mal dosiahnuť po troch minútach od začiatku varu roztoku. Konečný titer V_0 je medzi 39,0 ml a 41,0 ml. Ak je V0 mimo tohto limitu, upravte koncentráciu medi Fehlingovho roztoku A (4.1.1) a štandardizačný proces opakujte.

6.2. *Príprava roztokov vzoriek*

Koncentrácia testovaného roztoku vzorky by mala byť taká, aby obsahoval 250 až 400 mg invertného cukru na 100 ml.

6.3. *Predbežný test*

6.3.1. Je potrebné uskutočniť predbežný test, ktorý má zabezpečiť, že množstvo vody, ktoré sa pridá do 20 ml zmiešaného roztoku A a B, je dostatočné na to, aby zaručilo dosiahnutie konečného objemu po titrácii 75 ml.

Ten istý postup, ako je opísaný v 6.1.4., sa uskutoční, s tým rozdielom, že namiesto štandardného roztoku invertného cukru sa použije roztok vzorky, t.j. z byrety sa napustí do banky 25 ml roztoku vzorky. Pridá sa 15 ml vody, roztok sa ponechá vrieť dve minúty a potom sa titruje do dosiahnutia koncového bodu tak, ako je to opísané v 6.1.5.

6.3.2. Ak po pridaní roztoku metylénovej modrej červenkastá farba nezmizne, znamená to, že roztok vzorky je príliš koncentrovaný. V tomto prípade sa test musí zopakovať s menej koncentrovaným roztokom vzorky.

Ak na dosiahnutie červenkastej farby je potrebných viac ako 50 ml roztoku vzorky, je potrebné použiť koncentrovanejší roztok vzorky.

Vypočítajte množstvo vody, ktoré je potrebné dodať, odčítaním objemu zmiešaného Fehlingovho roztoku (20 ml) a roztoku vzorky od 75 ml.

6.4. *Konečná analýza roztoku vzorky*

6.4.1. Napipetujte do varnej banky 20 ml zmiešaného Fehlingovho roztoku a množstvo vody stanovené podľa 6.3.

6.4.2. Z byrety pridajte zistený titer roztoku vzorky (ako je to stanovené v 6.3), ale o 1 ml menej. Pridajte niekoľko sklenených guličiek, zmiešajte obsah banky vírením, uveďte obsah banky do varu a titrujte podobne ako v (6.3). Koncový bod by sa mal dosiahnuť jednu minútu po pridaní roztoku metylénovej modrej. Konečný titer = V_1.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorec a metóda výpočtu*

Výpočet obsahu redukujúcich cukrov ako invertného cukru vo vzorke je stanovený ako:

$$\% \text{ redukujúcich cukrov (ako invertný cukor} = \frac{V_0 \times 25 \times f}{C_0 \times V_1}$$

kde:

C = koncentrácia testovaného roztoku vzorky v g na 100 ml.

V_0 = objem štandardného invertného roztoku v ml, použitý v štandardizačnej titrácii,

V_1 = objem štandardného testovaného roztoku vzorky v ml, použitý v presnej analýze v 6.4.2,

f = korekčný faktor berúci do úvahy koncentráciu sacharózy v testovanom roztoku vzorky. Hodnoty sú uvedené v tabuľke ďalej:

Sacharóza (g vo vriacej zmesi)	korekčný faktor 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

Korekcie pre odlišné obsahy sacharózy v testovanom roztoku vzorky sa môžu vypočítať z tabuľky interpoláciou.

Poznámka:

Približná koncentrácia sacharózy sa môže zistiť odčítaním koncentrácie rozpustených tuhých látok patriacich invertnému cukru (na tento výpočet je odhadnutá hodnota F rovná 1,0) od celkovej koncentrácie rozpustených tuhých látok vyjadrených sacharózou, získanej z indexu lomu roztoku pri použití metódy tri uvedenej v tomto dokumente.

7.2. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie prekročiť 1% z ich aritmetického priemeru.

8. **Poznámka**

Vydeľte číslom 2,889, aby ste zmenili * S na polarimetrické stupne ARC (presné skúmavky 200mm; zdroj svetla pozostávajúci zo sodíkovej vákuovej lampy; nástroj musí byť inštalovaný v miestnosti, v ktorej sa teplota udržuje okolo 20° C).

METÓDA 8

STANOVENIE EKVIVALENTU DEXTRÓZY

(Laneho a Eynonova konštanta)

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Táto metóda stanovuje ekvivalent dextrózy v:

— glukózovom sirupe,

— sirupe sušenej glukózy,

— monohydráte dextrózy,

— bezvodej dextróze.

2. **Definícia**

2.1. „Redukčná schopnosť“: obsah redukujúceho cukru stanovený špecifikovanou metódou, vyjadrený ako bezvodá dextróza (d-glukóza) a vypočítaný ako percentuálny podiel z hmotnosti vzorky.

2.2. „Ekvivalent dextrózy“: vypočítaný ako hmotnostné percento sušiny vo vzorke.

3. **Princíp**

Testovaný roztok je titrovaný pri bode varu oproti špecifikovanému objemu zmiešaného Fehlingovho roztoku za prísne špecifikovaných podmienok, pri použití metylénovej modrej ako vnútorného indikátora.

4. **Reagenty**

4.1 *Fehlingov roztok*:

4.1.1. Roztok A

Rozpustite 69,3 g pentahydrátu síranu meďnatého ($CuSO_4.5H_2O$) vo vode a doplňte vodou do 1 000 ml.

4.1.2. Roztok B:

Vo vode sa rozpustí 346,0 g víňanu sódno-draselného tetrahydrátu ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) a 100 g hydroxidu sodného a v odmernej banke s objemom 1000 ml doplní vodou po rysku. Číry roztok sa dekantáciou oddelí od usadeniny, ktorá sa môže niekedy vytvoriť.

Poznámka:

Tieto dva roztoky (4.1.1 a 4.1.2) je treba skladovať v hnedých alebo jantárovo sfarbených fľašiach.

4.1.3. Príprava zmiešaného Fehlingovho roztoku

Do čistej kadičky sa odpipetuje 50 ml roztoku B (4.1.2) a potom 50 ml roztoku A (4.1.1) a dobre sa premiešajú.

Poznámka:

Zmiešaný Fehlingov roztok sa nesmie uchovávať, ale sa musí každý deň pripravovať čerstvý a štandardizovaný (6.1).

4.2. *Bezvodá dextróza* (D-glukóza) ($C_6H_{12}O_6$)

Tento materiál je nutné pred použitím 4 hodiny sušiť vo vákuovej sušiarni pri teplote100 ± 1 °C alebo nižšej a pri tlaku asi 10 kPa (103 mbar).

4.3. *Štandartný roztok dextrózy, 0,600 g/100 ml*

S presnosťou na 0,1 mg sa naváži 0,6 g bezvodej dextrózy (4.2), rozpustí sa vo vode, kvantitatívne prevedie do odmernej banky s objemom 100 ml (5.4), doplní vodou po rysku a premieša.

Tento roztok je nutné pripraviť čerstvý na každý deň, kedy bude používaný.

4.4. *Roztok methylénovej modre, 0,1 g/100 ml vody*

Rozpustí sa 0,1 g methylénovej modre v 100 ml vody.

5. **Aparatúra**

5.1. Varné banky s úzkym hrdlom s objemom 250 ml.

5.2. *Byreta* s objemom 50 ml s postranným kohútikom a delená po 0,05 ml.

5.3. *Pipety nedelené* s ryskami 25 ml a 50 ml.

5.4. *Odmerné banky* s objemom 100 a 500 ml.

5.5. *Zariadenie na ohrev,* vhodné na udržiavanie varu v súlade s podmienkami opísanými v bode 6.1 a umožňujúce sledovať farebnú zmenu v konečnom bode bez nutnosti zložiť varnú banku (5.1) zo zdroja tepla (viď bod 6.1 poznámka 3).

5.6. *Stopky* ukazujúce s presnosťou nejmenej na 1 sekundu.

6. **Postup**

6.1. *Štandardizácia Fehlingovho roztoku*

6.1.1. Do čistej suchej varnej banky (5.1) sa odpipetuje 25 ml Fehlingovho roztoku (4.1.3).

6.1.2. Byreta (5.2) sa naplní štandartným roztokom dextrózy (4.3) a meniskus sa nastaví na nulovú rysku.

6.1.3. Do varnej banky (5.1) sa z byrety napustí 18 ml štandartného roztoku dextrózy (4.3) a obsah sa krúživým pohybom premieša.

6.1.4. Varná banka sa umiestni na zariadení na ohrev (5.5) dopredu nastaveného tak, aby var nastal za 120 ± 15 sekúnd.

V celom priebehu titrácie nesmie byť zariadenie na ohrev nastavované inak (viď poznámka 1).

6.1.5. Akonáhle sa roztok začne variť, spustia sa stopky od nuly.

6.1.6. Obsah banky sa povarí 120 sekúnd (podľa stopiek).

Ku koncu sa pridá 1 ml roztoku methylénovej modre (4.4).

6.1.7. Po 120 sekundách (podľa stopiek) od začiatku varu sa začne z byrety (6.1.2) do varnej banky (5.1) pridávať štandartný roztok dextrózy po 0,5 ml dávkach, pokiaľ sa methylénová modra neodfarbí (viď poznámky 2 a 3).

Zaznamená sa celkový objem pridaného štandartného roztoku dextrózy (X ml) vrátane predposlednej 0,5 ml dávky.

6.1.8. Kroky v bodoch 6.1.1 a 6.1.2 sa zopakujú.

6.1.9. Z byrety sa do varnej banky (5.1) napustí (X 0,3) ml štandartného roztoku dextrózy.

6.1.10. Kroky v bodoch 6.1.4, 6.1.5 a 6.1.6 sa zopakujú.

6.1.11. Po 120 sekundách (podľa stopiek) od začiatku varu sa začne z byrety do varnej banky (5.1) pridávať štandartný roztok dextrózy, spočiatku po 0,2 ml dávkach a nakoniec po kvapkách, pokiaľ sa methylénová modra práve neodfarbí.

Ku koncu tohoto postupu musí byť čas mezi dvoma po sebe nasledujúcimi prídavkami štandartného roztoku dextrózy 10 až 15 sekúnd.

Toto pridávanie musí byť prevedené behom 60 sekúnd a celkový čas varu teda nesmie prekročiť 180 sekúnd.

Na tento účel môže byť potrebné previesť tretiu titráciu s trochu väčšou, príslušne upravenou počiatočnou dávkou štandartného roztoku dextrózy (6.1.9).

6.1.12. Zaznamená sa celková spotreba (V_0 ml) štandartného roztoku pri záverečnej titrácii (viď poznámka 4).

6.1.13. Hodnota V_0 musí byť v rozmedzí 19,0 až 21,0 ml štandartného roztoku dextrózy (4.3).

Ak sa hodnota V_0 nachádza mimo toho rozmedzia, príslušne sa upraví koncentrácia Fehlingovho roztoku A (4.1.1) a štandardizačný proces sa zopakuje.

6.1.14. Vzhľadom na to, že hodnota V_0 je presne známa, je treba na každodennú štandardizáciu previesť jednu titráciu s počiatočným prídavkom štandartného roztoku dextrózy $V_0 - 0,5$.

Poznámka 1:

Týmto sa zaistí, že akonáhle nastane var, vytváranie pary je rýchle a neprerušené behom celaj titračnej procedúry a v čo najväčšej miere sa zabráni vniknutiu vzduchu do titračnej banky a následnej opätovnej oxidácii jej obsahu.

Poznámka 2:

Odfarbenie roztoku methylénovej modry je najlepšie pozorovateľné v horných vrstvách obsahu titračnej banky a v oblasti menisku, t.j. na miestach, ktoré v podstate neobsahujú zrazený červený oxid meďnatý. Odfarbenie je ľahšie pozorovateľné za nepriameho osvetlenia. Je výhodné použiť tienidlo za titračnou bankou.

Poznámka 3:

Byreta by mala byť behom stanovenia čo najlepšie chránená pred zdrojom tepla.

Poznámka 4:

Vzhľadom na to, že sa nedá úplne vylúčiť subjektívny faktor, musí každý pracovník uskutočňovať svoju vlastnú štandartizačnú titráciu a pri výpočte musí použiť svoju vlastnú hodnotu V_0 (7.1).

6.2. *Orientačná skúška pripravenej vzorky*

6.2.1. Ak nie je známa približná hodnota redukčnej sily (2.1) pripravenej vzorky, je nutné urobiť predbežnú skúšku, aby sa získala táto približná hodnota a mohla sa tak vypočítať hmotnosť skúšobnej vzorky (6.3).

Táto skúška sa robí takto:

6.2.2. Pripraví sa Z % (m/V) roztok vzorky, „Z“ má približnú hodnotu.

6.2.3. Postupuje sa ako v bode 6.1.2 s použitím roztoku vzorky (6.2.2) namiesto štandartného roztoku dextrózy.

6.2.4. Postupuje sa ako v bode 6.1.1.

6.2.5. Postupuje sa ako v bode 6.1.3 s použitím 10 ml roztoku vzorky namiesto 18,0 ml štandartného roztoku dextrózy.

6.2.6. Postupuje sa ako v bode 6.1.4.

6.2.7. Obsah banky sa zahreje na var. Pridá sa 1 ml roztoku methylénovej modre (4.4).

6.2.8. Akonáhle nastane var, spustia sa stopky (5.6) od nuly a začne sa pridávať roztok vzorky z byrety do banky po 1,0 ml dávkach s odstupom asi 10 sekúnd, a to až do odfarbenia methylénovej modre.

Zaznamená sa celková spotreba štandartného roztoku dextrózy (Y ml) vrátane predposlednej 0,5 ml dávky.

6.2.9. Hodnota „Y“ nesmie presiahnuť 50 ml. Aj k tomu dôjde, je potrebné zvýšiť koncentráciu roztoku vzorky a titráciu zopakovať.

6.2.10. Približná hodnota redukčnej sily pripravenej vzorky je približne daná výrazom (v %):

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

6.3. *Skúšobná vzorka*

S presnosťou na 0,1 mg sa odváži také množstvo pripravenej vzorky (mg), ktoré obsahuje 2,85 až 3,15 g redukujúcich cukrov vyjadrených ako bezvodá dextróza (Dglukóza). Pri výpočte sa použije buď známa približná hodnota redukčnej sily (2.1), alebo približná hodnota získaná v bode 6.2.10.

6.4. *Skúšobný roztok*

Skúšobná vzorka sa v odmernej banke s objemom 500 ml rozpustí vo vode a vodou doplní po rysku.

6.5. *Stanovenie*

6.5.1. Postupuje sa ako v bode 6.1.1.

6.5.2. Byreta (5.2) sa naplní skúšobným roztokom (6.4) a meniskus sa nastaví na nulu.

6.5.3. Z byrety sa do varnej banky napustí 18,5 ml roztoku skúšobného roztoku. Vírením sa obsah banky zamieša.

6.5.4. Postupuje sa ako v bode 6.1.4.

6.5.5. Postupuje sa ako v bode 6.1.5.

6.5.6. Postupuje sa ako v bode 6.1.6.

6.5.7. Postupuje sa ako v bode 6.1.7 s použitím skúšobného roztoku namiesto štandartného roztoku dextrózy.

6.5.8. Postupuje sa ako v bode 6.1.8.

6.5.9. Postupuje sa ako v bode 6.1.9 s použitím skúšobného roztoku namiesto štandartného roztoku dextrózy.

6.5.10. Postupuje sa ako v bode 6.1.10.

6.5.11. Postupuje sa ako v bode 6.1.11 s použitím skúšobného roztoku namiesto štandartného roztoku dextrózy.

6.5.12. Zaznamená sa objem (V_1) spotrebovaného skúšobného roztoku pri záverečnej titrácii.

6.5.13. Hodnota V_1 musí byť v rozmedzí 19,0 až 21,0 ml skúšobného roztoku.

Ak sa hodnota V_1 nachádza mimo tohoto rozmedzia, upraví sa koncentrácia skúšobného roztoku a kroky 6.5.1 až 6.5.12 sa zopakujú.

6.5.14. Uskutočnia sa dve stanovenia s použitím toho istého skúšobného roztoku.

6.6. *Obsah sušiny*

Pomocou metódy 2 sa stanoví obsah sušiny pripravenej vzorky.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorce a postup výpočtu*

7.1.1. Redukčná sila

Redukčná sila vyjadrená v hmotnostných percentách pripravenej vzorky je daná výrazom:

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

kde

V_0 = = objem (ml) štandartného roztoku dextrózy (4.3) spotrebovaný pri štandardizačnej titrácii (6.1),

V_1 = = objem (ml) skúšobného roztoku (6.4) spotrebovaného pri titrácii v postupe stanovenia (6.5),

M = = hmotnosť skúšobnej vzorky (g) (6.3) použitej na prípravu 500 ml skúšobného roztoku.

7.1.2. Dextrózový ekvivalent

Dextrózový ekvivalent vypočítaný v percentách hmotnosti sušiny pripravenej vzorky je daný výrazom:

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

kde

RP = = redukčná sila vypočítaná v hmotnostných percentách pripravenej vzorky (7.1.1),

D = = obsah sušiny pripravenej vzorky v hmotnostných percentách.

7.1.3. Výsledkom je aritmetický priemer výsledkov dvoch stanovení za predpokladu, že je splnená požiadavka opakovateľnosti (7.2).

7.2. *Opakovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených zároveň alebo rýchle za sebou z tej istej vzorky tým istým pracovníkom za totožných podmienok nesmie byť väčšia než 1,0 % ich aritmetického priemeru.

METÓDA 9

STANOVENIE SÍRANOVÉHO POPOLA

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Metóda slúži na stanovenie obsahu síranového popola

— v škrobovom sirupe,

— v sušenom škrobovom sirupe,

— v dextróze monohydrátu,

— v bezvodej dextróze.

2. **Definícia**

„Obsah síranového popola“: obsah síranového popola stanovený uvedenou metódou.

3. **Princíp**

Po spopolnení navážky skúšobnej vzorky v oxidačnej atmosfére pri 525 °C za prítomnosti kyseliny sírovej je stanovená jeho zvyšková hmotnosť a je vyjadrená v hmotnostných percentách vzorky.

4. **Reagenty**

4.1. *Kyselina sírová,* zriedený roztok: pomaly a opatrne sa pridáva 100 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (hustota pri 20 °C = 1,84 g/ml; 96% m/m) do 300 ml vody za súčasného miešania a chladenia.

5. **Aparatúra**

5.1. *Elektrická muflová pec* vybavená pyrometrom a umožňujúca prevádzku pri teplote 525 ± 25 °C.

5.2. *Analytické váhy* vážiace s presnosťou na 0,1 mg.

5.3. *Kelímok na stanovenie popola,* platinový alebo kremenný, s vhodným objemom.

5.4. *Exsikátor* obsahujúci čerstvo aktivovaný silikónový gél alebo ekvivalentné vysúšadlo s indikátorom obsahu vlhkosti.

6. **Postup**

Kelímok (5.3) sa ohreje na zpopolňovaciu teplotu, ponechá sa v exsikátore vychladnúť a zváži sa. Do kelímka sa presne (na 0,1 mg) odváži 5 g škrobového sirupu alebo sušeného škrobového sirupu, prípadne 10 g dextrózy monohydrátu alebo bezvodej dextrózy.

Pridá sa 5 ml roztoku kyseliny sírovej (4.1) (viď poznámka 8.1) a vzorka sa v kelímku opatrne zahrieva nad plameňom alebo na varnej platničke tak dlho, až kým úplne nezuhoľnatie. Zuhoľnatenie, behom ktorého odhorievajú výpary zo vzorky (viď poznámka 8.2), sa musí robiť v digestore.

Kelímok (5.3) sa umiestni do muflovej pece (5.1) predhriatej na 525 ± 25 °C a ponechá sa v nej, dokiaľ nevznikne biely popol. To obvykle trvá dve hodiny (viď poznámka 8.3).

Vzorka sa nechá asi 30 minút vychladnúť v exsikátore (5.4) a potom sa odváži.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorec a postup výpočtu*

Obsah síranového popola vyjadrený v hmotnostných percentách vzorky určenej na analýzu je daný vzorcom:

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

kde

m_1 = = hmotnosť popola (g),

m_0 = = hmotnosť navážky skúšobnej vzorky (g).

7.2. *Opakovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených zároveň alebo rýchlo za sebou z tej istej vzorky tým istým pracovníkom za totožných podmienok nesmie byť väčší než 2,0 % ich aritmetického priemeru.

8. **Poznámky**

8.1. Kyselina sírová sa pridáva po malých dávkach, aby sa zabránilo prílišnému peneniu.

8.2. Pri prvom zuhoľňovaní je potrebné postupovať nanajvýš obozretne, aby nedošlo k stratám vzorky alebo popola kvôli prílišnému zovreniu vzorky.

8.3. Ak je obtiažne dosiahnuť úplné spopolnenie (t.j. zostávajú čierne čiastočky), kelímok je potrebné z muflovej pece vybrať, zvyšok po ochladení zvlhčiť niekoľkými kvapkami vody a opäť vložit do pece.

METÓDA 10

STANOVENIE POLARIZÁCIE

1. **Rozsah a oblasť použitia**

Metóda slúži na stanovenie polarizácie

— v polobielom cukre,

— v cukre alebo v bielom cukre,

— v extra bielom cukre.

2. **Definícia**

Polarizáciou sa rozumie schopnosť cukrového roztoku obsahujúceho 26 g cukru na 100 ml, ktorý je uzavretý v trubici s dĺžkou 200 mm, stáčať rovinu polarizovaného svetla.

3. **Princíp**

Polarizácia sa stanoví pomocou sacharimetra alebo polarimetra za podmienok opísaných v nižšie uvedenej metóde.

4. **Reagenty**

4.1. *Číriace činidlo*: bázický roztok octanu olovnatého.

Do asi 1 000 ml čerstvo prevarenej vody sa pridá 560 g suchého bázického octanu olovnatého. Zmes sa 30 minút varí a potom sa nechá stáť cez noc.

Tekutý supernatant sa dekantuje a zriedi čerstvo prevarenou vodou tak, aby vznikol roztok s hustotou 1,25 g/ml (pri 20 °C).

Tento roztok je potrebné chrániť pred prístupom vzduchu.

4.2. *Dietyléter*

5. **Aparatúra**

5.1. Sacharimeter okalibrovaný na normálnu hmotnosť 26 g sacharózy, poprípade polarimeter

Tento prístroj musí byť umiestnený v miestnosti, v ktorej je možné udržiavať teplotu okolo 20 °C. Prístroj sa okalibruje pomocou štandartných kremenných dosiek.

5.2. *Svetelný zdroj* pozostávajúci zo sodíkovej výbojky.

5.3. *Presné polarimetrické trubice* s dĺžkou 200 mm a toleranciou ± 0,02 mm.

5.4. *Analytické váhy* vážiace s presnosťou na 0,1 mg.

5.5. *Jednotlivo kalibrované odmerné banky s objemom 100 ml so zátkami*. Banky so skutočným objemom v rozmedzí 100,00 ± 0,01 ml sa môžu použiť bez korekcie. Banky s objemom mimo uvedeného rozmedzia môžu byť použité len s náležitou korekciou na 100 ml.

5.6. *Vodný kúpeľ* riadený termostatom, nastavený na 20 ± 0,1 °C.

6. **Postup**

6.1. *Príprava roztoku*

Čo najrýchlejšie sa naváži 26 ± 0,002 g vzorky a kvantitatívne sa prevedie do odmernej banky s objemom 100 ml (5.5) obsahujúcim asi 60 ml vody.

Vzorka sa rozpustí vrením, nie však zahrievaním.

Ak je potrebné roztok vyčíriť, pridá sa 0,5 ml činidla octanu olovnatého (4.1).

Roztok sa zmieša krúživým pohybom banky a steny banky sa oplachujú tak dlho, až kým meniskus nevystúpi asi 10 mm pod kalibračnú rysku.

Banka sa umiestni na vodnú kúpeľ (5.6) udržiavanú pri 20 ± 0,1 °C a ponechá sa tam tak dlho, až kým sa teplota cukrového roztoku neustáli.

Akékoľvek bubliny vytvorené na povrchu kvapaliny sa odstránia kvapkou dietyléteru (4.2).

Roztok sa doplní vodou po rysku.

Banka sa zazátkuje a riadne sa premieša aspoň trojnásobným obrátením dna hore nohami.

Banka sa nechá päť minút stáť.

6.2. *Stanovenie polarizácie*

Počas všetkých nižšie uvedených úkonov sa udržuje teplota 20 ± 0,1 °C.

6.2.1. Polarimeter sa nastaví na nulu.

6.2.2. Vzorka sa prefiltruje cez filtračný papier. Prvých 10 ml filtrátu sa nepoužije. Odoberá sa až ďalších 50 ml filtrátu.

6.2.3. Polarimetrická trubica sa premyje dvojnásobným prepláchnutím roztokom vzorky určenej na analýzu (6.2.2).

6.2.4. Trubica sa pri teplote 20 ± 0,1 °C opatrne naplní roztokom vzorky určenej na analýzu.

Pri zasúvaní uzatváracej doštičky sa odstránia všetky vzduchové bubliny. Naplnená trubica sa umiestni do kolísky prístroja.

6.2.5. Odpočíta sa polarizácia s presnosťou na 0,05°S alebo 0,02 uhlových stupňov. To isté sa zopakuje ešte čtyrikrát. Vypočíta sa priemer z týchto piatich meraní.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorec a postup výpočtu*

Výsledky sú vyjadrené v stupňoch S s presnosťou na 0,1°S. Na prevod uhlových stupňov na stupne S sa použije tento vzorec:

$$^{\circ}S = \text{uhlový stupeň} \times 2{,}889$$

7.2. *Opakovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených zároveň alebo rýchlo za sebou z tej istej vzorky tým istým pracovníkom za totožných podmienok nesmie byť väčšia než 0,1°S, pričom výsledok každého stanovenia je priemerom z piatich meraní.