

ANALIZNE METODE ZA PREVERJANJE SESTAVE DOLOČENIH SLADKORJEV, NAMENJENIH ZA PREHRANO LJUDI

UVOD

1. Priprava vzorca za analizo

Vzorec, ki je bil dostavljen v laboratorij, temeljito premešamo.

Odvzamemo del vzorca z maso najmanj 200 g in ga takoj prenesemo v čisto, suho, za vlago hermetično posodo, ki se hermetično zapira.

2. Reagenti in oprema

V opisu opreme so navedeni samo posebni instrumenti in oprema ali oprema, ki se sklicuje na posebne standarde.

Kadar je omenjena voda, pomeni to destilirano vodo ali najmanj enako čisto demineralizirano vodo.

Če ni drugače določeno, morajo biti vsi reagenti priznane p.a. (pro analysi) kakovosti.

Kadar je omenjena raztopina reagenta brez podrobnejšega opisa, je mišljena vodna raztopina.

3. Podajanje rezultatov

Rezultati v uradnih analiznih poročilih morajo biti srednja vrednost najmanj dveh določitev z zadovoljivo ponovljivostjo.

Če ni drugače določeno, se rezultati izrazijo kot masni delež (% m/m) glede na prvotni vzorec, kot je bil sprejet v laboratorij.

Rezultat se podaja na toliko decimalnih mest, kot je to možno glede na natančnost uporabljene analizne metode.

METODA 1

DOLOČANJE IZGUBE MASE PRI SUŠENJU

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa izguba mase pri sušenju v:

- polbelem sladkorju,
- sladkorju ali belem sladkorju,
- ekstra belem sladkorju.

2. Definicija

"Izguba mase pri sušenju": vrednost zmanjšanja mase pri sušenju, kot je določena z opisano metodo.

3. Princip

Izguba mase pri sušenju se določa tako, da se vzorec suši pri temperaturi $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

4. Oprema

- 4.1 *Analitska tehtnica* s točnostjo 0,1 mg.
- 4.2 Sušilnik s primernim pretokom zraka, s termostatsko kontrolo, s katero se vzdržuje temperatura $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 4.3 *Kovinski tehtič* z ravnim dnom, odporen proti agresivnosti vzorcev in pogojem preskušanja, s premerom najmanj 100 mm in globino najmanj 30 mm.
- 4.4 *Eksikator* s sveže aktiviranim silikagelom ali enakovrednim sušilom ter indikatorjem za prisotnost vode.

5. Postopek

Opomba: Postopki iz točk 5.3 do 5.7 morajo biti izvedeni takoj, ko se odpre posoda z vzorcem.

- 5.1 Posodo (4.3) sušimo v sušilniku (4.2) do konstantne mase pri temperaturi $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 5.2 Tehtič hladimo v eksikatorju (4.4) najmanj 30 do 35 minut in ga nato stehtamo s točnostjo 0,1 mg.
- 5.3 V tehtič natehtamo 20 do 30 g vzorca s točnostjo 0,1 mg.
- 5.4 Tehtič postavimo za tri ure v sušilnik (4.2) s temperaturo $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

5.5 Tehtič ohladimo v eksikatorji (4.4) in ga stehtamo s točnostjo 0,1 mg.

5.6 Tehtič ponovno postavimo za trideset minut v sušilnik s temperaturo $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Ohladimo ga v eksikatorju (4.4) in nato stehtamo s točnostjo 0,1 mg. Postopek ponovimo, če je razlika med dvema tehtanjema večja od 1 mg. Če se masa poveča, se za izračun uporabi najnižja izmerjena vrednost.

5.7 Skupni čas sušenja ne sme biti daljši od štirih ur.

6. Podajanje rezultatov

6.1 Izračun

Izguba mase pri sušenju, izražena kot masni delež (% m/m) glede na vzorec, je podana z naslednjo formulo:

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

kjer je:

m_0 - začetna masa vzorca, v gramih,

m_1 - masa vzorca po sušenju, v gramih.

6.2 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme biti večja od 0,02 g na 100 g vzorca.

METODA 2

DOLOČANJE SUHE SNOVI Metoda z vakuumskim sušilnikom

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa vsebnost suhe snovi v:

- glukoznem sirupu,
- sušenem glukoznem sirupu,
- monohidratu dekstroze,
- brezvodni dekstrozi.

2. Definicija

"Vsebnost suhe snovi": vsebnost suhe snovi, kot je določena z opisano metodo.

3. Princip

Vsebnost suhe snovi se določa pri temperaturi $70 \pm 1^\circ\text{C}$ v vakuumskem sušilniku pri tlaku največ 3,3 kPa (34 mbar). V primeru glukoznega sirupa ali sušenega glukoznega sirupa se pred sušenjem vzorci zmešajo z vodo in silicijevim dioksidom (kremenčev pesek).

4. Reagenti

4.1 *Kremenčev pesek*: v Buchnerjevem liju ga prečistimo z večkratnim izpiranjem z razredčeno klorovodikovo kislino (1 ml koncentrirane kisline z gostoto pri 20°C 1,19 g/ml, na liter vode). Postopek je končan, ko je izpiralna voda zanesljivo kisla. Nato izpiramo z vodo, dokler pH filtrirane vode ni višja od 4. Posušimo ga v sušilniku pri temperaturi $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Hranimo ga v hermetično zaprti posodi.

5. Oprema

5.1 *Vakuumski sušilnik*, neprodušen, s termostatom ter termometrom in vakuumskim manometrom. Sušilnik mora biti oblikovan tako, da se toplota hitro prenaša na tehtiče na policah v njem.

5.2 *Sušilna naprava za zrak*, sestavljena iz steklene sušilne kolone, napolnjene s sveže aktiviranim silikagelom ali enakovrednim sušilom, ki vsebuje indikator za prisotnost vode. Sušilna kolona je postavljena v niz z izpiralko plinov, ki vsebuje koncentrirano žveplovo kislino in je povezana z odprtino za dovod zraka v sušilnik.

5.3 *Vakuumska črpalka*, s katero se lahko v sušilniku vzdržuje tlak 3,3 kPa (34 mbar) ali manj.

5.4 *Kovinski tehtič* z ravnim dnom, odporen proti agresivnosti vzorcev in pogojem preskušanja, s premerom najmanj 100 mm in globino najmanj 30 mm.

5.5 *Steklena palčka*, dovolj dolga, da ne more v celoti pasti v posodo.

5.6 *Eksikator*, s sveže aktiviranim silikagelom ali enakovrednim sušilom ter indikatorjem za prisotnost vode.

5.7 *Analitska tehtnica*, s točnostjo 0,1 mg.

6. Postopek

- 6.1 Približno 30 g kremenčevega peska (4.1) prenesemo v tehtič (5.4), v katerem se nahaja steklena palčka (5.5). Vse skupaj postavimo v sušilnik (5.1), v katerem je temperatura $70 \pm 1^\circ\text{C}$ in znižamo tlak na 3,3 kPa (34 mbar) ali manj.

Sušimo najmanj pet ur, s tem da skozi sušilno napravo za zrak dovajamo v sušilnik šibek tok zraka. Od časa do časa preverimo tlak in ga po potrebi uravnamo.

- 6.2 Ponovno vzpostavimo normalni zračni tlak v sušilniku tako, da pazljivo povečujemo dotok suhega zraka. Tehtič skupaj s stekleno palčko takoj postavimo v eksikator (5.6). Ohladimo in stehtamo.

- 6.3 V 100 ml čašo natehtamo s točnostjo 1 mg približno 10 g vzorca za analizo.

- 6.4 Vzorec raztopimo v 10 ml tople vode in raztopino prenesemo kvantitativno v tehtič s pomočjo steklene palčke (5.5).

- 6.5 Tehtič z vzorcem in stekleno palčko prenesemo v sušilnik in znižamo tlak na 3,3 kPa (34 mbar) ali manj. Sušimo pri temperaturi $70 \pm 1^\circ\text{C}$, ob šibkem pretoku suhega zraka skozi sušilnik.

Postopek sušenja poteka 20 ur; najbolj se masa zmanjša proti koncu prvega dne. Vakuumska črpalka mora stalno delovati na predhodno nastavljenem tlaku in mora dovajati v pečico samo toliko suhega zraka, da se čez noč vzdržuje tlak približno 3,3 kPa (34 mbar) ali manj.

- 6.6 Ponovno vzpostavimo normalni zračni tlak v sušilniku tako, da pazljivo povečujemo dotok suhega zraka. Tehtič z vsebino postavimo v eksikator. Ohladimo in nato stehtamo s točnostjo 1 mg.

- 6.7 Postopek (6.5) nadaljujemo še štiri ure. Ponovno vzpostavimo normalni zračni tlak v sušilniku in takoj zatem postavimo tehtič v eksikator. Ohladimo in stehtamo. Preverimo, če je bila dosežena konstantna masa. Konstantna masa je dosežena, če razlika med dvema tehtanjema istega tehtiča ne presega 2 mg. Če je razlika večja, ponovimo postopek 6.7.

- 6.8 Za določanje suhe snovi v vzorcih brezvodne dekstroze ali monohidrata dekstroze, kremenčev pesek in voda nista potrebna.

7. Podajanje rezultatov

7.1 Izračun

Vsebnost suhe snovi, izražena kot masni delež (% m/m) glede na vzorec, je podana z naslednjo formulo:

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

kjer je:

m_0 - začetna masa vzorca, v gramih,

m_1 - masa tehtiča s kremenčevim peskom, stekleno palčko in ostankom vzorca po sušenju, v gramih,

m_2 - masa tehtiča s kremenčevim peskom in stekleno palčko, v gramih.

7.2 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme biti večja od 0,12 g na 100 g vzorca.

METODA 3

DOLOČANJE SKUPNE SUHE SNOVI

(Refraktometrična metoda)

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa vsebnost suhe snovi v:

- raztopini sladkorja,
- raztopini belega sladkorja,
- raztopini invertnega sladkorja,
- raztopini belega invertnega sladkorja,
- sirupu iz invertnega sladkorja,
- sirupu iz belega invertnega sladkorja.

2. Definicija

"Vsebnost suhe snovi": vsebnost suhe snovi, kot je določena z opisano metodo.

3. Princip

V vzorcu za preskušanje se določi refrakcijski indeks pri 20 °C in vsebnost suhe snovi odčita iz tabel, ki prikazujejo koncentracijo v odvisnosti od refrakcijskega indeksa.

4. Oprema

4.1 *Refraktometer*, s točnostjo na štiri decimalna mesta, s termometrom in črpalko za vodo, povezano s termostatsko kontrolirano vodno kopeljo s temperaturo $20 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

4.2 *Vir svetlobe*, natrijeva svetilka.

5. Postopek

5.1 Če so v vzorcu prisotni kristali, jih ponovno raztopimo z razredčenjem v razmerju 1:1 (m/m).

5.2 Z refraktometrom (4.1) izmerimo refrakcijski indeks vzorca pri 20 °C.

6. Izražanje in izračun rezultatov

6.1 Vsebnost suhe snovi izračunamo iz refrakcijskih indeksov raztopin saharoze pri 20 °C iz spodnje tabele in jo korigiramo za prisotnost invertnih sladkorjev tako, da k rezultatu iz tabele dodamo 0,022 za vsak odstotek (vsak 1 %) invertnega sladkorja, ki je prisoten v analiziranem vzorcu.

6.2 Če je bil vzorec razredčen z vodo v razmerju 1:1 (m/m), izračunano vsebnost suhe snovi pomnožimo z dve.

6.3 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme biti večja od 0,2 g suhe snovi na 100 g vzorca.

REFERENČNA TABELA

Refrakcijski indeksi (*n*) raztopin saharoze pri 20 °C

n (20 °C)	saharoza (%)	n (20 °C)	saharoza (%)	n (20 °C)	saharoza (%)	n (20 °C)	saharoza (%)	n (20 °C)	saharoza (%)
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

1,3505	11,728	1,3560	15,207	1,3615	18,595	1,3670	21,896	1,3725	25,114
1,3506	11,792	1,3561	15,269	1,3616	18,655	1,3671	21,955	1,3726	25,172
1,3507	11,856	1,3562	15,332	1,3617	18,716	1,3672	22,014	1,3727	25,230
1,3508	11,920	1,3563	15,394	1,3618	18,777	1,3673	22,073	1,372R	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	1,3677	22,310	1,3732	25,518
1,3513	12,240	1,3568	15,705	1,3623	19,080	1,3678	22,369	1,3733	25,576
1,3514	12,304	1,3569	15,767	1,3624	19,141	1,3679	22,428	1,3734	25,633
1,3515	12,368	1,3570	15,829	1,3625	19,201	1,3680	22,487	1,3735	25,691
1,3516	12,431	1,3571	15,891	1,3626	19,262	1,3681	22,546	1,3736	25,748
1,3517	12,495	1,3572	15,953	1,3627	19,322	1,3682	22,605	1,3737	25,806
1,3518	12,559	1,3573	16,016	1,3628	19,382	1,3683	22,664	1,3738	25,863
1,3519	12,623	1,3574	16,078	1,3629	19,443	1,3684	22,723	1,3739	25,921
1,3520	12,686	1,3575	16,140	1,3630	19,503	1,3685	22,781	1,3740	25,978
1,3521	12,750	1,3576	16,201	1,3631	19,564	1,3686	22,840	1,3741	26,035
1,3522	12,813	1,3577	16,263	1,3632	19,624	1,3687	22,899	1,3742	26,093
1,3523	12,877	1,3578	16,325	1,3633	19,684	1,3688	22,958	1,3743	26,150
1,3524	12,940	1,3579	16,387	1,3634	19,745	1,3689	23,017	1,3744	26,207
1,3525	13,004	1,3580	16,449	1,3635	19,805	1,3690	23,075	1,3745	26,265
1,3526	13,067	1,3581	16,511	1,3636	19,865	1,3691	23,134	1,3746	26,322
1,3527	13,131	1,3582	16,573	1,3637	19,925	1,3692	23,193	1,3747	26,379
1,3528	13,194	1,3583	16,634	1,3638	19,985	1,3693	23,251	1,3748	26,436
1,3529	13,258	1,3584	16,696	1,3639	20,045	1,3694	23,310	1,3749	26,493
1,3530	13,321	1,3585	16,758	1,3640	20,106	1,3695	23,369	1,3750	26,551
1,3531	13,384	1,3586	16,819	1,3641	20,166	1,3696	23,427	1,3751	26,608
1,3532	13,448	1,3587	16,881	1,3642	20,226	1,3697	23,486	1,3752	26,665
1,3533	13,511	1,3588	16,943	1,3643	20,286	1,3698	23,544	1,3753	26,722
1,3534	13,574	1,3589	17,004	1,3644	20,346	1,3699	23,603	1,3754	26,779
1,3535	13,637	1,3590	17,066	1,3645	20,406	1,3700	23,661	1,3755	26,836
1,3536	13,700	1,3591	17,127	1,3646	20,466	1,3701	23,720	1,3756	26,893
1,3537	13,763	1,3592	17,189	1,3647	20,525	1,3702	23,778	1,3757	26,950
1,3538	13,826	1,3593	17,250	1,3648	20,585	1,3703	23,836	1,3758	27,007
1,3539	13,890	1,3594	17,311	1,3649	20,645	1,3704	23,895	1,3759	27,064
1,3540	13,953	1,3595	17,373	1,3650	20,705	1,3705	23,953	1,3760	27,121
1,3541	14,016	1,3596	17,434	1,3651	20,765	1,3706	24,011	1,3761	27,178
1,3542	14,079	1,3597	17,496	1,3652	20,825	1,3707	24,070	1,3762	27,234
1,3543	14,141	1,3598	17,557	1,3653	20,884	1,3708	24,128	1,3763	27,291
1,3544	14,204	1,3599	17,618	1,3654	20,944	1,3709	24,186	1,3764	27,348

1,3545	14,267	1,3600	17,679	1,3655	21,004	1,3710	24,244	1,3765	27,405
1,3546	14,330	1,3601	17,741	1,3656	21,063	1,3711	24,302	1,3766	27,462
1,3547	14,393	1,3602	17,802	1,3657	21,123	1,3712	24,361	1,3767	27,518
1,3548	14,456	1,3603	17,863	1,3658	21,183	1,3713	24,419	1,3768	27,575
1,3549	14,518	1,3604	17,924	1,3659	21,242	1,3714	24,477	1,3769	27,632
1,3550	14,581	1,3605	17,985	1,3660	21,302	1,3715	24,535	1,3770	27,688
1,3551	14,644	1,3606	18,046	1,3661	21,361	1,3716	24,593	1,3771	27,745
1,3552	14,707	1,3607	18,107	1,3662	21,421	1,3717	24,651	1,3772	27,802
1,3553	14,769	1,3608	18,168	1,3663	21,480	1,3718	24,709	1,3773	27,858
1,3554	14,832	1,3609	18,229	1,3664	21,540	1,3719	24,767	1,3774	27,915
1,3555	14,894	1,3610	18,290	1,3665	21,599	1,3720	24,825	1,3775	27,971
1,3556	14,957	1,3611	18,351	1,3666	21,658	1,3721	24,883	1,3776	28,028
1,3557	15,019	1,3612	18,412	1,3667	21,718	1,3722	24,941	1,3777	28,084
1,3558	15,082	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
1,4880	78,969	1,4920	80,497	1,4960	82,007	1,5000	83,500	1,5040	84,9
1,4881	79,008	1,4921	80,534	1,4961	82,044	1,5001	83,537	1,5041	85,0
1,4882	79,046	1,4922	80,572	1,4962	82,082	1,5002	83,574	1,5042	85,0
1,4883	79,084		80,610	1,4963	82,119	1,5003	83,611	1,5043	85,0
1,4884	79,123	1,4924	80,648	1,4964	82,157	1,5004	83,648	1,5044	85,1
1,4885	79,161	1,4925	80,686	1,4965	82,194	1,5005	83,685	1,5045	85,1
1,4886	79,199	1,4926	80,724	1,4966	82,232	1,5006	83,722	1,5046	85,1
1,4887	79,238	1,4927	80,762	1,4967	82,269	1,5007	83,759	1,5047	85,2
1,4888	79,276	1,4928	80,800	1,4968	82,307	1,5008	83,796	1,5048	85,2
1,4889	79,314	1,4929	80,838	1,4969	82,344	1,5009	83,833	1,5049	85,3
1,4890	79,353	1,4930	80,876	1,4970	82,381	1,5010	83,870	1,5050	85,3
1,4891	79,391	1,4931	80,913	1,4971	82,419	1,5011	83,907	1,5051	85,3
1,4892	79,429	1,4932	80,951	1,4972	82,456	1,5012	83,944	1,5052	85,4
1,4893	79,468	1,4933	80,989	1,4973	82,494	1,5013	83,981	1,5053	85,4
1,4894	79,506	1,4934	81,027	1,4974	82,531	1,5014	84,018	1,5054	85,41
1,4895	79,544	1,4935	81,065	1,4975	82,569	1,5015	84,055	1,5055	85,52
1,4896	79,582	1,4936	81,103	1,4976	82,606	1,5016	84,092	1,5056	85,56
1,4897	79,620	1,4937	81,140	1,4977	82,643	1,5017	84,129	1,5057	85,59
1,4898	79,659	1,4938	81,178	1,4978	82,681	1,5018	84,166	1,5058	85,63
1,4899	79,697	1,4939	81,216	1,4979	82,718	1,5019	84,203	1,5059	85,67
1,4900	79,735	1,4940	81,254	1,4980	82,755	1,5020	84,240	1,5060	85,70
1,4901	79,773	1,4941	81,291	1,4981	82,793	1,5021	84,277	1,5061	85,74
1,4902	79,811	1,4942	81,329	1,4982	82,830	1,5022	84,314	1,5062	85,78
1,4903	79,850	1,4943	81,367	1,4983	82,867	1,5023	84,351	1,5063	85,81
1,4904	79,888	1,4944	81,405	1,4984	82,905	1,5024	84,388	1,5064	85,85

1,4905	79,926	1,4945	81,442	1,4985	82,942	1,5025	84,424	1,5065	85,89
1,4906	79,964	1,4946	81,480	1,4986	82,979	1,5026	84,461	1,5066	85,92
1,4907	80,002	1,4947	81,518	1,4987	83,016	1,5027	84,498	1,5067	85,96
1,4908	80,040	1,4948	81,555	1,4988	83,054	1,5028	84,535	1,5068	86,00
1,4909	80,078	1,4949	81,593	1,4989	83,091	1,5029	84,572	1,5069	86,03
1,4910	80,116	1,4950	81,631	1,4990	83,128	1,5030	84,609	1,5070	86,07
1,4911	80,154	1,4951	81,668	1,4991	83,165	1,5031	84,645	1,5071	86,10
1,4912	80,192	1,4952	81,706	1,4992	83,202	1,5032	84,682	1,5072	86,14
1,4913	80,231	1,4953	81,744	1,4993	83,240	1,5033	84,719	1,5073	86,18
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	86,25
1,4916	80,345	1,4956	81,856	1,4996	83,351	1,5036	84,829	1,5076	86,29
1,4917	80,383	1,4957	81,894	1,4997	83,388	1,5037	84,866	1,5077	86,32
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	1,4999	83,463	1,5039	84,939	1,5079	86,399

METODA 4

MERJENJE REDUCIRAJOČIH SLADKORJEV, IZRAŽENIH KOT INVERTNI SLADKOR

(metoda Berlinskega instituta)

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se v polbelem sladkorju določi vsebnost reducirajočih sladkorjev in izrazi kot invertni sladkor.

2. Definicije

"Reducirajoči sladkorji, izraženi kot invertni sladkor": vsebnost reducirajočih sladkorjev, kot je določena z opisano metodo.

3. Princip

Raztopina vzorca, ki vsebuje reducirajoče sladkorje, reducira raztopino bakrovega (II) kompleksa. Bakrov (I) oksid, ki pri tem nastane, se nato oksidira s standardno raztopino joda, katere presežek se določi s povratno titracijo s standardizirano raztopino natrijevega tiosulfata.

4. Reagenti

4.1 *Raztopina bakra (II)* (Muellerjeva raztopina).

4.1.1 V 400 ml vrele vode raztopimo 35 g bakrovega sulfata pentahidrata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Ohladimo.

4.1.2 V 500 ml vrele vode raztopimo 173 g natrij-kalijevega tartrata tetrahidrata (Rochellova sol ali Seignettova sol; $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) in 68 g brezvodnega natrijevega karbonata. Ohladimo.

4.1.3 Obe raztopini (4.1.1 in 4.1.2) prelijemo v litrsko merilno bučko in dopolnimo z vodo do 1 L. Dodamo 2 g aktivnega olja, premešamo, pustimo stati nekaj ur in nato prefiltriramo preko debelega filtrnega papirja ali membranskega filtra.

Če se pri shranjevanju pojavijo majhne količine bakrovega (I) oksida, raztopino ponovno prefiltriramo.

4.2 *Raztopina očetne kisline*, 5 mol/liter.

4.3 *Raztopina joda*, 0,01665 mol/liter (t.j. 0,0333N, 4,2258 g/liter).

4.4 *Raztopina natrijevega tiosulfata*, 0,0333 mol/liter.

4.5 *Raztopina škroba*: litru vrele vode dodamo suspenzijo 5 g topnega škroba v 30 ml vode. Pustimo vreti 3 minute, ohladimo in po potrebi dodamo 10 mg živosrebrovega (I) jodida kot konzervans.

5. Oprema

5.1 *Erlenmajerica*, 300 ml, birete in pipete.

5.2 *Vodna kopel*, vrela.

6. Postopek

6.1 V 300 ml erlenmajerico natehtamo del vzorca (10 g ali manj), z vsebnostjo manj kot 30 mg invertnega sladkorja, in ga raztopimo v približno 100 ml vode.

V erlenmajerico z raztopino vzorca odpipetiramo 10 ml raztopine bakra (II) (4.1). Vsebino premešamo s krožnim obračanjem in jo nato za točno 10 minut postavimo v vrelo vodno kopel (5.2).

Nivo raztopine v erlenmajerici mora biti najmanj 20 mm pod nivojem vode v vodni kopeli. Erlenmajerico na hitro ohladimo pod mrzlo tekočo vodo. Pri tem raztopine ne smemo mešati, sicer bi kisik iz zraka ponovno oksidiral nekaj oborjenega bakrovega (I) oksida.

Ne da bi erlenmajerico stresali, s pipeto dodamo 5 ml ocetne kisline 5mol/liter (4.2) in takoj nato še iz birete raztopino joda 0,01665 mol/liter (4.3) (med 20 in 40 ml).

Mešamo, dokler se ne raztopi oborina bakra. Presežek joda titriramo z raztopino natrijevega tiosulfata, 0,0333 mol/liter (4.4), pri čemer kot indikator uporabimo raztopino škroba (4.5). Indikator dodamo proti koncu titracije.

- 6.2 Izvedemo slepo probo z vodo. Ta se izvede za vsako novo raztopino bakra (II) (4.4). Titracija ne sme presegati 0,1 ml.
- 6.3 Z raztopino sladkorja izvedemo hladno kontrolno probo. Raztopino pustimo stati na sobni temperaturi 10 minut, da lahko zreagirajo vse prisotne reducirajoče snovi, kot je na primer žveplov dioksid.

7. Podajanje rezultatov

7.1 *Izračun*

Volumen porabljene raztopine joda = ml 0,01665 mol/liter joda, dodanega v presežku minus ml 0,0333 mol/liter natrijevega tiosulfata, porabljenega pri titraciji.

Volumen (v ml) 0,01665 mol/liter porabljenega joda korigiramo tako, da odštejemo:

7.1.1 Število ml, porabljenih za slepo probo z vodo (6.2).

7.1.2 Število ml, porabljenih pri hladni probi z raztopino sladkorja (6.3).

7.1.3 Vrednost 2,0 ml za vsakih 10 g saharoze, prisotne v uporabljenem alikvotu, ali sorazmerno količino, če vzorec vsebuje manj kot 10 g saharoze (korekcija za saharozo).
Po teh korekcijah je vsak ml raztopine joda (4.3), ki je reagiral, sorazmeren 1 mg invertnega sladkorja.
Vsebnost invertnega sladkorja, izražena kot masni delež (% m/m) glede na vzorec, se izrazi s formulo:

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

kjer je:

V_1 = korigiran volumen raztopine joda (4.3), v ml

m_0 = masa natehtanega vzorca, v gramih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme biti večja od 0,02 g na 100 g vzorca.

METODA 5

MERJENJE REDUCIRAJOČIH SLADKORJEV, IZRAŽENIH KOT INVERTNI SLADKOR

(Metoda po Knightu in Allenu)

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa vsebnost reducirajočih sladkorjev, izraženih kot invertni sladkor, v:

- sladkorju ali belem sladkorju,
- ekstra belem sladkorju.

2. Definicija

"Reducirajoči sladkorji, izraženi kot invertni sladkor": vsebnost reducirajočih sladkorjev, kot je določena z opisano metodo.

3. Princip

Raztopini vzorca se v presežku doda reagent bakra (II), ki se reducira, nereducirani del pa povratno titrira z raztopino EDTA.

4. Reagenti

- 4.1 *Raztopina etilen diamin tetraacetne kisline* (di-natrijeva sol) (EDTA) 0,0025 mol/liter: v vodi raztopimo 0,930 g EDTA in dopolnimo do 1 litra.
- 4.2 *Mureksid - indikatorska raztopina*: v 50 ml vode raztopimo 0,25 g mureksida in mu dodamo 20 ml 0,2 g/100 ml raztopine metilen modrega.
- 4.3 *Alkalni reagent bakra*: v približno 600 ml vode, ki vsebuje 40 ml 1,0 mol/liter natrijevega hidroksida, raztopimo 25 g brezvodnega natrijevega karbonata in 25 g natrij-kalijevega tartrata tetrahidrata. V približno 100 ml vode raztopimo 6,0 g bakrovega (II) sulfat pentahidrata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Raztopino bakrovega sulfata dodamo raztopini tartrata in dopolnimo do 1 litra.

Opomba: raztopina ima omejen rok trajanja (en teden).

4.4 *Standardna raztopina invertnega sladkorja*: v 250 ml merilni bučki raztopimo 23,750 g čiste saharoze (4.5) v približno 120 ml vode, dodamo 9 ml klorovodikove kisline ($\rho=1,16$) in pustimo stati osem dni pri sobni temperaturi. Raztopino dopolnimo do 250 ml in z merjenjem s polarimetrom ali saharimetrom v 200 mm cevi preverimo, če je hidroliza popolna. Vrednost mora biti $11,80^\circ \pm 0,05^\circ \text{S}$ (glej opombo pod 8). 200 ml te raztopine odpipetiramo v 2000 ml merilno bučko. Razredčimo z vodo in med stresanjem (da ne bi prišlo do prevelike lokalne alkalnosti) dodamo 71,4 ml raztopine natrijevega hidroksida (1 mol/liter), v kateri je raztopljeno 4 g benzojske kisline. Dopolnimo do 2000 ml, da dobimo raztopino invertnega sladkorja 1 g/100 ml. pH vrednost raztopine mora biti približno 3.

To stabilno osnovno raztopino smemo razredčiti šele tik pred uporabo.

4.5 *Čista saharoza*: vzorec čiste saharoze z vsebnostjo invertnega sladkorja pod 0,001 g/100g.

5. Oprema

5.1 *Epruvete*, 150 x 20 mm.

5.2 *Bela porcelanska izparilnica*.

5.3 *Analitska tehtnica*, s točnostjo 0,1 mg.

6. Postopek

6.1 V epruveti (5.1) raztopimo 5 g vzorca sladkorja v 5 ml hladne vode. Dodamo 2,0 ml bakrovega reagenta (4.3) in premešamo. Epruveto za pet minut potopimo v vrelo vodno kopel in jo nato ohladimo v mrzli vodi.

6.2 Raztopino iz epruvete kvantitativno prenesemo v belo porcelansko izparilnico (5.2), pri čemer uporabimo čim manj vode, dodamo tri kaplje indikatorja (4.2) in titriramo z raztopino EDTA (4.1). V_0 je volumen EDTA, uporabljen pri titraciji.

Tik pred ekvivalentno točko se barva raztopine spreminja iz zelene preko sive v vijolično na ekvivalentni točki. Vijolična barva potem počasi izginja zaradi oksidacije bakrovega (I) oksida v bakrov (II) oksid; hitrost je odvisna od koncentracije prisotnega reduciranega bakra. Zaradi tega mora biti ekvivalentna točka titracije dosežena hitro.

6.3 Izdelamo kalibracijsko krivuljo: znane množine invertnega sladkorja (v obliki ustrezno razredčene raztopine 4.4) dodajamo k 5 g čiste saharoze (4.5) in dodamo toliko hladne vode, da je skupno dodano 5 ml raztopine. Narišemo diagram: volumni, porabljeni pri titraciji (v ml) v odvisnosti od deleža invertnega sladkorja, dodanega 5 g saharoze: diagram je premica v območju od 0,001 do 0,019 g/100 g invertnega sladkorja/100 g vzorca.

7. Podajanje rezultatov

7.1 Metoda izračuna

Na kalibracijski krivulji odčitamo delež invertnega sladkorja, ki ustreza vrednosti V_0 ml EDTA, uporabljenega pri analizi vzorca.

7.2 Če se v vzorcu za analizo pričakuje koncentracija, višja od 0,017 g invertnega sladkorja na 100 g vzorca, moramo količino vzorca v postopku (6.1) ustrezno zmanjšati in vzorec za analizo dopolniti do 5 g s čisto saharozo (4.5).

7.3 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme biti večja od 0,005 g na 100 g vzorca.

8. Opomba

Za pretvorbo °S v polarimetrične stopinje delimo °S z 2,889 (cevi 200 mm; svetlobni izvor natrijeva svetilka; instrument mora biti nameščen v sobi, v kateri se lahko vzdržuje temperatura blizu 20°C).

METODA 6

DOLOČANJE REDUCIRAJOČIH SLADKORJEV, IZRAŽENIH KOT INVERTNI SLADKOR ALI KOT EKVIVALENT DEKSTROZE

(Luff-Schoorlova metoda)

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa:

1.1 vsebnost reducirajočih sladkorjev, izraženih kot invertni sladkor, v:

- raztopini sladkorja,
- raztopini belega sladkorja,
- raztopini invertnega sladkorja,
- raztopini belega invertnega sladkorja,
- sirupu iz invertnega sladkorja,
- sirupu iz belega invertnega sladkorja;

1.2 vsebnost reducirajočih sladkorjev, izražena in izračunana (glede na suho snov) kot ekvivalent dekstroze v:

- glukoznem sirupu,
- sušenem glukoznem sirupu;

- 1.3 vsebnost reducirajočih sladkorjev, izražena kot D-glukoza, v:
- monohidratu dekstroze,
 - brezvodni dekstrozi.

2. Definicija

"Reducirajoči sladkorji, izraženi kot invertni sladkor, D-glukoza ali ekvivalent dekstroze": vsebnost reducirajočih sladkorjev, izražena ali izračunana kot invertni sladkor, D-glukoza ali ekvivalent dekstroze, kot je določena z opisano metodo.

3. Princip

Reducirajoči sladkorji v vzorcu (po potrebi prečiščenem) se pod standardnimi pogoji segrejejo do vrelišča z raztopino bakra (II), ki se delno reducira v baker (I). Presežek bakra (II) se določi jodometrično.

4. Reagenti

- 4.1 *Carrez raztopina (I)*: v vodi raztopimo 21,95 g cinkovega acetata dihidrata ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (ali 24 g cinkovega acetata trihidrata ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) in 3 ml ledocetne kisline ter dolijemo toliko vode, da dobimo 100 ml.
- 4.2 *Carrez raztopina (II)*: v vodi raztopimo 10,6 g kalijevega heksacianoferat (II) trihidrata $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in dolijemo toliko vode, da dobimo 100 ml raztopine.
- 4.3 *Luff-Schoorlov reagent*: pripravimo naslednjo raztopino:
- 4.3.1 Raztopina bakrovega (II) sulfata: v 100 ml vode raztopimo 25 g bakrovega (II) sulfata pentahidrata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), ki ne vsebuje železa.
- 4.3.2 Raztopina citronske kisline: v 50 ml vode raztopimo 50 g citronske kisline monohidrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$).
- 4.3.3 Raztopina natrijevega karbonata: v približno 300 ml tople vode raztopimo 143,8 g brezvodnega natrijevega karbonata in ohladimo.
- 4.3.4 V litrski merilni bučki dodajamo med nežnim krožnim vrtenjem raztopini natrijevega karbonata (4.3.3) raztopino citronske kisline (4.3.2). Bučko vrtimo do prenehanja burne reakcije, nato dodamo raztopino bakrovega (II) sulfata (4.3.1) ter do oznake 1000 ml dopolnimo z vodo. Raztopino pustimo stati preko noči in jo po potrebi prefiltriramo. Molarnost tako dobljenega reagenta preverimo po postopku iz točke 6.1. (Cu 0,1 mol/liter, Na_2CO_3 1 mol/liter).

- 4.4 *Raztopina natrijevega tiosulfata*, 0,1 mol/liter.
- 4.5 *Raztopina škroba*: v liter vrele vode vlijemo suspenzijo 5 g topnega škroba v 30 ml vode. Pustimo vreti tri minute, ohladimo in po potrebi dodamo 10 mg živosrebrnega (II) jodida kot konzervans.
- 4.6 *Žveplova kislina*, 3 mol/liter.
- 4.7 *Raztopina kalijevega jodida*, 30% (m/v)
- 4.8 *Lističi plovca*, prekuhani v klorovodikovi kislini, sprani z vodo do nevtralnosti in posušeni.
- 4.9 *Izopentanol*
- 4.10 *Natrijev hidroksid*, 0,1 mol/liter.
- 4.11 *Klorovodikova kislina*, 0,1 mol/liter.
- 4.12 *Raztopina fenolftaleina*, 1% (m/v) v etanolu.

5. Oprema

- 5.1 *Erlenmajerica*, 300 ml, s povratnim hladilnikom.
- 5.2 *Štoparica*.

6. Postopek

- 6.1 *Standardizacija Luff-Schoorlovega reagenta* (4.3).
- 6.1.1 K 25 ml Luff-Schoorlovega reagenta (4.3) dodamo 3 g kalijevega jodida in 25 ml žveplove kisline 3 mol/liter (4.6).

Titriramo z natrijevim tiosulfatom 0,1 mol/liter (4.4), pri čemer kot indikator uporabimo raztopino škroba (4.5), ki ga dodamo proti koncu titracije. Če volumen porabljenega natrijevega tiosulfata 0,1 mol/liter ni 25 ml, moramo reagent pripraviti ponovno.

- 6.1.2 10 ml reagenta odpipetiramo v 100 ml merilno bučko in jo do 100 ml dopolnimo z vodo.

10 ml razredčenega reagenta odpipetiramo v erlenmajerico, v kateri se nahaja 25 ml klorovodikove kisline 0,1 mol/liter (4.11) in segrevamo eno uro v vreli vodni kopeli. Ohladimo, dodamo toliko sveže pripravljene vrele vode, da dobimo prvotni volumen in titriramo z natrijevim hidroksidom 0,1 mol/liter (4.10), pri čemer kot indikator uporabimo fenolftalein (4.12).

Volumen porabljenega natrijevega hidroksida 0,1 mol/liter (4.10) mora biti med 5,5 in 6,5 ml.

6.1.3 10 ml razredčenega reagenta (6.1.2) titriramo s klorovodikovo kislino 0,1 mol/liter (4.11), pri čemer kot indikator uporabimo fenolftalein (4.12). Ekvivalentna točka je dosežena, ko izgine vijolična barva.

Volumen uporabljene klorovodikove kisline 0,1 mol/liter (4.11) mora biti med 6,0 in 7,5 ml.

6.1.4 pH vrednost Luff-Schoorlovega reagenta pri 20 °C mora biti med 9,3 in 9,4.

6.2 *Priprava raztopine*

6.2.1 S točnostjo 1 mg natehtamo 5 g vzorca in ga z 200 ml vode kvantitativno prenesemo v 250 ml merilno bučko. Po potrebi ga razbistimo tako, da dodamo 5 ml Carrezove raztopine (I) (4.1), nato pa še 5 ml Carrezove raztopine (II) (4.2). Po vsakem dodajanju premešamo. Z vodo dopolnimo do 250 ml. Dobro premešamo. Po potrebi prefiltriramo.

6.2.2 Raztopino (6.2.1) razredčimo tako, da 25 ml raztopine vsebuje od 15 do 60 mg reducirajočih sladkorjev, izraženih kot glukoza.

6.3 *Titracija po Luff-Schoorlovi metodi*

V 300 ml erlenmajerico (5.1) odpipetiramo 25 ml Luff-Schoorlovega reagenta (4.3). V isto erlenmajerico odpipetiramo 25 ml raztopine sladkorja (6.2.2) in dodamo dva lističa plovca (4.8). Na erlenmajerico pritrdimo povratni hladilnik (5.1) in vse skupaj postavimo na azbestno žično mrežico nad Bunsenovim gorilnikom (namesto azbestne uporabljaj žično mrežico s keramičnim vložkom ali drugo ustrezno zamenjavo). Žična mrežica mora imeti v azbestnem delu (ali drugem ustreznem delu) odprtino z enakim premerom kot je dno erlenmajerice. Tekočino v dveh minutah segrejemo do vrelišča in jo pustimo počasi vreti natanko 10 minut. Nato na hitro ohladimo v mrzli vodi in po petih minutah titriramo na naslednji način:

Dodamo 10 ml raztopine kalijevega jodida (4.7), nato takoj pazljivo (zaradi burne reakcije) še 25 ml žveplove kisline 3 mol/liter (4.6). Titriramo z raztopino natrijevaga tiosulfata 0,1 mol/liter (4.4), dokler raztopina ni skoraj brezbarvna, dodamo nekaj ml raztopine škroba (4.5) kot indikator in nadaljujemo s titracijo toliko časa, da izgine modra barva.

Kontrolni preskus izvedemo s 25 ml vode namesto s 25 ml raztopine sladkorja (6.2.2).

7. Podajanje rezultatov

7.1 *Izračun*

V spodnji preglednici poiščemo (po potrebi interpoliramo) maso glukoze ali invertnega sladkorja v mg, ki ustreza razliki med dvema odčitkoma titracije, izraženima v ml 0,1 mol/liter natrijevaga tiosulfata.

Rezultat izrazimo kot masni delež (% m/m) invertnega sladkorja ali D-glukoze glede na suho snov.

7.2 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh titracij, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme biti večja od 0,02 ml.

8. Opomba

Preden dodamo žveplovo kislino, lahko dodamo majhen volumen izopentanol (4.9), da preprečimo penjenje.

Preglednica vrednosti Luff-Schoorlovega reagenta

0,1 mol/liter $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Glukoza, fruktoza, invertni sladkorji $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	
ml	mg	razlika
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

DOLOČANJE EKVIVALENTA DEKSTROZE

(Lane-ova in Eynon-ova konstanta)

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa ekvivalent dekstroze v:

- glukoznem sirupu,
- sušenem glukoznem sirupu,
- monohidratu dekstroze,
- brezvodni dekstrozi.

2. Definicija

- 2.1 "Reducirajoča moč": vsebnost reducirajočega sladkorja, kot je določena z opisano metodo, izražena kot brezvodna dekstroza (D-glukoza) in izračunana kot masni delež (% m/m) glede na vzorec.
- 2.2 "Ekvivalent dekstroze": reducirajoča moč, izračunana kot masni delež (% m/m) glede na suho snov v vzorcu.

3. Princip

Z raztopino vzorca pri temperaturi vrelišča titriramo določeni volumen mešane Fehlingove raztopine, pri čemer se kot notranji indikator uporabi metilen modro.

4. Reagenti

4.1 Fehlingova raztopina

4.1.1 Raztopina A:

69,3 g bakrovega (II) sulfata pentahidrata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v vodi in dopolnimo do 1000 ml.

4.1.2 Raztopina B:

346,0 g dvojnega natrij-kalijevega tartrata tetrahidrata ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) in 100,0 g natrijevega hidroksida raztopimo v vodi in dopolnimo do 1000 ml. Čisto raztopino občasno dekantiramo, da odstranimo morebitno usedlino

Opomba:

Raztopini (4.1.1 in 4.1.2) moramo hraniti v temnih steklenicah.

4.1.3 Priprava mešane Fehlingove raztopine

V čisto suho čašo odpipetiramo 50 ml raztopine B (4.1.2), dodamo 50 ml raztopine A (4.1.1) in dobro premešamo.

Opomba:

Mešane Fehlingove raztopine ne smemo shranjevati, ampak jo pripravimo in standardiziramo (6.1) pred uporabo.

4.2 Brezvodna dekstroza (D-glukoza) ($C_6H_{12}O_6$)

Pred uporabo jo štiri ure sušimo v vakuumskem sušilniku pri $100 \pm 1^\circ C$ ali manj, pri notranjem tlaku približno 10 kPa (103 mbar).

4.3 Standardna raztopina dekstroze, 0,600 g/100 ml.

S točnostjo 0,1 mg natehtamo 0,6 g brezvodne dekstroze (4.2), raztopimo v vodi, raztopino prenesemo kvantitativno v 100 ml merilno bučko (5.4), dopolnimo do oznake in premešamo.

Raztopina mora biti sveže pripravljena pred vsako uporabo.

4.4 Metilen modro, raztopina, 0,1 g/100 ml.

V 100 ml vode raztopimo 0,1 g barvila metilen modro.

5. Oprema

5.1 *Laboratorijska ognjevarna bučka z ozkim vratom, 250 ml.*

5.2 *Bireta, 50 ml, s pravokotnim podaljškom, graduirana na 0,05 ml.*

5.3 *Polnilne pipete, 25 ml in 50 ml.*

5.4 *Merilne bučke, volumen 100 ml in 500 ml.*

5.5 *Gorilnik, ki omogoča vrenje pod pogoji, opisanimi v 6.1 in omogoča opazovanje spremembe barve v ekvivalentni točki, ne da bi bilo pri tem treba ognjevarno bučko vzeti z gorilnika (5.1) (glej 6.1, opomba pod 3).*

5.6 *Štoparica, ki kaže vsaj sekunde.*

6. Postopek

6.1 Standardizacija Fehlingove raztopine

6.1.1 V čisto suho čašo odpipetiramo 25 ml Fehlingove raztopine (4.1.3) in dobro premešamo.

6.1.2 Bireto (5.2) napolnimo s standardno raztopino dekstroze (4.3) in nastavimo meniskus na 0.

6.1.3 V ognjevarno bučko spustimo iz birete 18 ml standardne raztopine dekstroze (4.3). Vsebino v bučki premešamo s krožnimi gibi.

6.1.4 Bučko postavimo na gorilnik (5.5), ki je nastavljen tako, da prične raztopina vreti po 120 ± 15 sekundah.

Gorilnika med titracijo ne smemo dodatno nastavljati (glej opombo pod 1).

6.1.5 Ko prične vreti, vključimo štoparico.

6.1.6 Vsebino v bučki pustimo vreti 120 sekund, pri tem merimo čas s štoparico.

Proti koncu vrenja dodamo 1 ml raztopine metilen modrega (4.4).

6.1.7 Po 120 sekundah vrenja (merjeno s štoparico) pričnemo v ognjevarno bučko (5.1) iz birete (6.1.2) dodajati po 0,5 ml standardne raztopine dekstroze, dokler ne izgine barva metilen modrega (glej opombi pod 2 in 3).

Zabeležimo celoten volumen dodane standardne raztopine dekstroze skupaj s predzadnjim dodatkom 0,5 ml (X ml).

6.1.8 Postopek pod 6.1.1 in 6.1.2 ponovimo.

6.1.9 V ognjevarno bučko (5.1) iz birete vlijemo volumen standardne raztopine dekstroze, ki je enak (X-0,3) ml.

6.1.10 Ponovimo postopek 6.1.4, 6.1.5 in 6.1.6.

6.1.11 Po 120 sekundah vrenja (merjeno s štoparico) pričnemo v ognjevarno bučko (5.1) iz birete (6.1.2) dodajati standardno raztopino dekstroze, najprej po 0,2 ml, nato po kapljicah, dokler modra barva metilen modrega ne izgine.

Proti koncu tega postopka se mora standardna raztopina dekstroze dodajati v intervalih od 10 do 15 sekund.

To dodajanje se konča v 60 sekundah, celoten čas vrenja pa ne sme biti daljši od 180 sekund.

Morda je potrebna še tretja titracija, z malo večjim, ustrezno prilagojenim, začetnim dodatkom standardne raztopine dekstroze (6.1.9).

6.1.12 Zabeležimo volumen (V_0 ml) standardne raztopine dekstroze, porabljene do ekvivalentne točke pri zadnji titraciji (glej opombo pod 4).

6.1.13 V_0 mora biti med 19,0 in 21,0 ml standardne raztopine dekstroze (4.3). Če je V_0 izven tega območja, prilagodimo koncentracijo Fehlingove raztopine (4.1.1) ter ponovimo standardizacijo.

6.1.14 Glede na to, da je V_0 znan, je za vsakodnevno standardizacijo mešane Fehlingove raztopine potrebna samo ena titracija z začetnim volumnom ($V_0 - 0,5$) ml standardne raztopine dekstroze.

Opomba 1:

S tem se zagotovi, da takoj ob začetku vrenja nastanejo pare in nastajajo tudi med celotnim postopkom titracije, kar v titracijsko bučko v največji možni meri preprečuje dotok zraka, ki bi lahko povzročil ponovno oksidacijo njene vsebine.

Opomba 2:

Izginevanje modre barve metilen modrega najboljše vidimo tako, da opazujemo zgornji sloj in meniskus vsebine v titracijski bučki, ker je v njem relativno malo oborjenega rdečega bakrovega (I) oksida. Izginevanje modre barve je najbolj opazno, če se uporablja indirektna svetloba. Pomaga tudi bel zaslon, ki ga postavimo izza titracijske bučke.

Opomba 3:

Med določanjem mora biti bireta čim bolj izolirana od vira toplote.

Opomba 4:

Zaradi vedno prisotnega človeškega faktorja mora vsak analitik izvesti svojo lastno standardizacijo in v izračunu uporabljati lastne vrednosti za V_0 (7.1).

6.2 *Predhodna titracija pripravljenega vzorca*

6.2.1 Če reducirajoča moč (2.1) pripravljenega vzorca ni znana, moramo izvesti predhodno titracijo, s katero ugotovimo približno vrednost, potrebno za izračun masnega odstotka v vzorcu (6.3).

Predhodno titracijo izvedemo na naslednji način:

6.2.2 Pripravimo 2% m/v raztopino vzorca z ocenjeno vrednostjo "Z".

6.2.3 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.2, le da namesto standardne raztopine dekstroze uporabimo raztopino vzorca (6.2.2).

6.2.4 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.1.

6.2.5 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.3, s tem da namesto 18,0 ml standardne raztopine dekstroze uporabimo 10,0 ml raztopine vzorca.

6.2.6 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.4.

6.2.7 Vsebino bučke segrejemo do vrelišča. Dodamo 1 ml raztopine metilen modrega (4.4).

6.2.8 Takoj, ko vsebina prične vreti, vključimo štoparico (5.6) ter pričnemo v bučko iz birete dodajati po 1,0 ml raztopine vzorca v intervalih po približno 10 sekund, dokler ne izgine modra barva metilen modrega.

Zabeležimo celoten volumen raztopine vzorca, vključno s predzadnjim dodatkom (Y ml).

6.2.9 "Y" ne sme biti večji od 50 ml. Če je, povečamo koncentracijo raztopine vzorca in ponovimo titracijo.

6.2.10 Približna reducirajoča moč pripravljenega vzorca, izražena kot masni delež, je podana z:

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

6.3 *Vzorec za analizo*

S točnostjo 0,1 mg natehtamo pripravljeni vzorec (mg), ki vsebuje med 2,85 in 3,15 g reducirajočih sladkorjev, izraženih kot brezvodna dekstroza (D-glukoza), pri čemer za izračun uporabimo bodisi znane približne vrednosti za reducirajočo moč (2.1) ali približne vrednosti, ki jih dobimo, kot je opisano pod 6.2.10.

6.4 *Raztopina vzorca*

Natehtani vzorec raztopimo in v 500 ml merilni bučki dopolnimo do oznake.

6.5 *Določanje*

6.5.1 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.1.

6.5.2 Bireto (5.2) napolnimo raztopino vzorca (6.4) in nastavimo meniskus na 0.

6.5.3 V ognjevarno bučko iz birete vlijemo 18,5 ml raztopine vzorca in premešamo s krožnim vrtenjem.

6.5.4 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.4.

6.5.5 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.5.

6.5.6 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.6.

- 6.5.7 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.7, s tem da namesto standardne raztopine dekstroze uporabimo raztopino vzorca.
- 6.5.8 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.8.
- 6.5.9 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.9, s tem da namesto standardne raztopine dekstroze uporabimo raztopino vzorca.
- 6.5.10 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.10.
- 6.5.11 Postopamo, kot je opisano pod 6.1.11, s tem da namesto standardne raztopine dekstroze uporabimo raztopino vzorca.
- 6.5.12 Zabeležimo volumen (V_1) raztopine vzorca, porabljen do ekvivalentne točke zadnje titracije.
- 6.5.13 V_1 mora biti med 19,0 in 21,0 ml raztopine vzorca.

Če je vrednost V_1 izven tega območja, ustrezno prilagodimo koncentracijo raztopine vzorca in ponovimo postopke od 6.5.1 do 6.5.12.

- 6.5.14 Na isti raztopini vzorca izvedemo dve določitvi.

6.6 Vsebnost suhe snovi

Vsebnost suhe snovi pripravljenega vzorca določimo z 2. metodo.

7. Podajanje rezultatov

7.1 Izračun

7.1.1 Reducirajoča moč

Reducirajoča moč, izračunana kot masni delež (% m/m) v pripravljenem vzorcu, je podana z:

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

kjer je:

- V_0 = volumen standardne raztopine dekstroze (4.3), uporabljen pri standardizacijski titraciji (6.1), v ml,
 V_1 = volumen raztopine vzorca (6.4.), uporabljen pri analizni titraciji (6.5), v ml,
 M = masa vzorca (6.3), natehtana za pripravo 500 ml raztopine vzorca, v gramih.

7.1.2 Ekvivalent dekstroze

Ekvivalent dekstroze, izračunan kot masni delež (% m/m) suhe snovi v pripravljenem vzorcu, je podan z:

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

kjer je:

RP = reducirajoča moč, izračunana kot masni delež (% m/m) v vzorcu (7.1.11.),

D = vsebnost suhe snovi v vzorcu, izražena kot masni delež.

7.1.3 Rezultat je aritmetična sredina dveh določitev, pod pogojem da so izpolnjeni pogoji glede ponovljivosti (7.2).

7.2 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme presegati 1,0 % njihove aritmetične sredine.

METODA 8

DOLOČANJE VSEBNOSTI SULFATIZIRANEGA PEPELA

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa vsebnost sulfatiziranega pepela v:

- glukoznem sirupu,
- sušenem glukoznem sirupu,
- monohidratu dekstroze,
- brezvodni dekstrozi.

2. Definicija

"Vsebnost sulfatiziranega pepela": vsebnost sulfatiziranega pepela, kot je določena z opisano metodo.

3. Princip

Določi se ostanek mase vzorca po sežigu v oksidacijski atmosferi pri 525 °C v prisotnosti žveplove kisline in izračuna kot masni delež.

4. Reagenti

- 4.1 *Žveplova kislina*, razredčena raztopina: med mešanjem in ohlajanjem počasi in pazljivo vlijemo 100 ml koncentrirane žveplove kisline (gostota pri 20 °C = 1,84 g/ml; 96% m/m) v 300 ml vode.

5. Oprema

- 5.1 *Električna žarilna peč*, s pirometrom, z delovno temperaturo 525 ± 25 °C.
- 5.2 *Analitska tehtnica*, s točnostjo 0,1 mg.
- 5.3 *Žarilni lončki*, platinasti ali iz kvarcnega stekla, ustrezne kapacitete.
- 5.4 *Eksikator*, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel ali enakovredno sušilo in indikator prisotnosti vlage.

6. Postopek

Žarilni lonček (5.3) segrejemo do temperature upepelitve, ohladimo v eksikatorju in stehtamo. S točnostjo 0,1 mg natehtamo v žarilni lonček 5 g glukoznega sirupa ali sušenega glukoznega sirupa, ali približno 10 g monohidrata dekstroze oziroma brezvodne dekstroze.

Dodamo 5 ml raztopine žveplove kisline (4.1) (glej opombo pod 8.1) in vzorec pazljivo segrevamo v žarilnem lončku nad plamenom ali na grelni plošči, dokler popolnoma ne zogleni. Postopek karbonizacije, med katerim iz vzorca izhajajo pare (glej opombo pod 8.2), moramo izvajati v digestoriju.

Lonček (5.3) postavimo v žarilno peč (5.1), v kateri je temperatura 525 ± 25 °C, in segrevamo do nastanka belega pepela. To običajno traja dve uri (glej opombo pod 8.3).

Vzorec približno 30 minut hladimo v eksikatorju (5.4) in ga nato stehtamo.

7. Podajanje rezultatov

7.1 Izračun

Vsebnost sulfatiziranega pepela, izražena kot masni delež (% m/m) glede na analizirani vzorec, je podana z:

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

kjer je:

m_1 = masa pepela, v gramih,

m_0 = masa vzorca, v gramih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, ne sme presegati 2% njihove aritmetične sredine.

8. Opombe

- 8.1 Žveplovo kislino dodajamo v majhnih količinah, da preprečimo premočno penjenje.
- 8.2 Pri prvi karbonizaciji je potrebna previdnost, da se preprečijo izgube vzorca ali pepela zaradi močnega nabrekanja vzorca.
- 1.2 Če vzorec ne zgori popolnoma (t.j. ostajajo črni delci), lonček vzamemo iz žarilne peči, ohladimo, preostanek vzorca navlažimo z nekaj kapljicami vode in ponovno postavimo v peč.

METODA 9

DOLOČANJE POLARIZACIJE

1. Obseg in področje uporabe

S to metodo se določa polarizacija v:

- polbelem sladkorju,
- sladkorju ali belem sladkorju,
- ekstra belem sladkorju.

2. Definicija

Polarizacija je optična rotacija polarizirane svetlobe, ki jo povzroči raztopina sladkorja s 26 g sladkorja na 100 ml v 200 mm cevi.

3. Princip

Polarizacija se določa s saharimetrom ali polarimetrom pod pogoji, opisanimi s to metodo.

4. Reagenti

4.1 Čistilno sredstvo: bazična raztopina svinčevega acetata.

V približno 1000 ml sveže zavrete vode dodamo 560 g suhega bazičnega svinčevega acetata. Mešanico pustimo vreti 30 minut in jo nato pustimo stati preko noči.

Oddekantiramo tekočino in jo razredčimo s sveže zavreto vodo, da dobimo raztopino z gostoto 1,25 g/ml pri 20 °C.

Raztopino hranimo tako, da ne prihaja v stik z zrakom.

4.2 Dietil eter

5. Oprema

5.1 Saharimeter, graduiran za normalno maso 26 g saharoze, ali polarimeter

Instrument mora biti nameščen v sobi, kjer se lahko temperatura vzdržuje blizu 20 °C. Instrument se kalibrira s standardnimi kvarcnimi ploščicami.

5.2 Svetlobni izvor, natrijeva svetilka.

5.3 Polarimetrične cevi, 200 mm, napaka ne sme biti večja od $\pm 0,02$ mm.

5.4 Analitska tehtnica, s točnostjo 0,1 mg.

5.5 Posamično kalibrirane 100 ml merilne bučke z zamaškom. Bučke z dejansko prostornino v območju $100,00 \pm 0,01$ ml se lahko uporabljajo brez korekcije. Bučke s prostornino izven tega območja se uporabljajo z ustrezno korekcijo, s katero se prostornina uravna na 100 ml.

5.6 Vodna kopel, s termostatsko kontrolirano temperaturo $20 \pm 0,1$ °C.

6. Postopek

6.1 Priprava raztopine

Čim hitreje natehtamo $26 \pm 0,002$ g vzorca in ga s približno 60 ml vode kvantitativno prenesemo v 100 ml merilno bučko (5.5).

Vzorec raztopimo brez segrevanja tako, da bučko krožno vrtimo.

Če je potrebno raztopino prečistiti, dodamo 0,5 ml svinčevega acetata (4.1).

Raztopino premešamo tako, da bučko krožno vrtimo in pri tem spiramo stene bučke, dokler ni volumen v bučki tolikšen, da je meniskus približno 10 mm pod kalibracijsko oznako.

Bučko postavimo v vodno kopel s termostatsko kontrolirano temperaturo (5.6) $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ in jo v njej pustimo toliko časa, da je temperatura raztopine sladkorja konstantna.

S kapljo dietil etra (4.2) odstranimo s površine tekočine eventualno nastale mehurčke.

Z vodo dopolnimo do oznake.

Bučko zamašimo in najmanj trikrat temeljito premešamo.

Pustimo stati pet minut.

6.2 Polarizacija

Pri vseh nadaljnjih postopkih vzdržujemo temperaturo $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

6.2.1 Inštrument postavimo na 0.

6.2.2 Vzorec prefiltriramo skozi papirni filter. Prvih 10 ml filtrata zavržemo in za nadaljnje delo uporabimo naslednjih 50 ml filtrata.

6.2.3 Cev polarimetra operemo tako, da jo dvakrat speremo z raztopino vzorca za analizo (6.2.2).

6.2.4 Cev pazljivo napolnimo pri $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ z raztopino vzorca za analizo.

Med zapiranjem cevi odstranimo zračne mehurčke. Zaprto cev postavimo v ležaj instrumenta.

6.2.5 Zabeležimo rotacijo s točnostjo $0,05^{\circ}\text{S}$ ali $0,02$ kotni stopinji. Postopek ponovimo štirikrat. Izračunamo srednjo vrednost petih odčitkov.

7. Podajanje rezultatov

7.1 Izračun

Rezultate izrazimo v stopinjah S s točnostjo $0,1^{\circ}\text{S}$. Za pretvorbo kotnih stopinj v stopinje S se uporablja naslednja formula:

$$^{\circ}\text{S} = \text{kotna stopinja} \times 2,889$$

7.2 Ponovljivost

Razlika med rezultatoma dveh določitev, ki ju izvede hkrati ali takoj drugo za drugo na istem vzorcu isti analitik pod istimi pogoji, in ki vsaka predstavlja srednjo vrednost petih odčitkov, ne sme presegati $0,1^{\circ}\text{S}$.