



Постановление № 18 от 2 февруари 2023 г. за приемане на Наредба за изискванията към някои захари, предназначени за консумация от човека

**ПОСТАНОВЛЕНИЕ № 18 ОТ 2 ФЕВРУАРИ 2023 Г.
за приемане на Наредба за изискванията към някои захари, предназначени за консумация от човека**

МИНИСТЕРСКИЯТ СЪВЕТ
ПОСТАНОВИ:

Член единствен. Приема Наредба за изискванията към някои захари, предназначени за консумация от човека.

Заклучителни разпоредби

§ 1. Отменя се Наредбата за изискванията към захарите, предназначени за консумация от човека, приета с Постановление № 209 на Министерския съвет от 2002 г. (обн., ДВ, бр. 89 от 2002 г.; изм. и доп., бр. 114 от 2003 г. и бр. 1 от 2004 г.).

§ 2. Постановлението влиза в сила в 14-дневен срок от деня на обнародването му в „Държавен вестник“.

Министър-председател: **Гълъб Донеv**

Главен секретар на Министерския съвет: **Красимир Божанов**

**НАРЕДБА
за изискванията към някои захари, предназначени за консумация от човека**

Чл. 1. (1) С наредбата се определят изискванията към наименованията, характеристиките, състава, етикетирването и методите за анализ на някои захари, предназначени за консумация от човека, наричани по-нататък „захарите“.

(2) Наредбата не се прилага за захари под формата на пудра захар, захарни бонбони и захар на бучки.

Чл. 2. (1) Наименованията, под които захарите се предлагат на пазара, са:

1. „Полубяла захар“ – за пречистена и кристализирана захароза със следните характеристики:

а) поляризация – не по-малко от 99,5°Z;

б) съдържание на инвертна захар – не повече от 0,1 % w/w;

в) загуба на маса при сушене – не повече от 0,1 % w/w;

2. „Захар“ или „Бяла захар“ – за пречистена и кристализирана захароза със следните характеристики:

а) поляризация – не по-малко от 99,7°Z;

б) съдържание на инвертна захар – не повече от 0,04 % w/w;

в) загуба на маса при сушене – не повече от 0,06 % w/w;

г) цвят – не повече от 9 точки, определени съгласно метода по приложение № 1, т. 1;

3. „Рафинирана бяла захар“ или „Екстра бяла захар“ – за пречистена и кристализирана захароза със следните характеристики:

а) поляризация – не по-малко от 99,7°Z;

б) съдържание на инвертна захар – не повече от 0,04 % w/w;

в) загуба на маса при сушене – не повече от 0,06 % w/w;

г) цвят, съдържание на пепел и цвят на разтвора – общ брой точки, определени съгласно методите по приложение № 1 – не повече от 8, при което не повече от:

аа) 4 – за цвят;

бб) 6 – за съдържание на пепел;

вв) 3 – за цвят на разтвора;

4. „Захарен разтвор“ – за воден разтвор на захароза със следните характеристики:

а) сухо вещество – не по-малко от 62 % w/w;

б) съдържание на инвертна захар (отношение фруктоза към декстроза: 1,0±0,2) – не повече от 3 % w/w от сухото вещество;

в) съдържание на пепел – не повече от 0,1 % w/w от сухото вещество, определено съгласно метода по приложение № 1, т. 2;

г) цвят на разтвора – не повече от 45 ICUMSA единици, определени съгласно метода по приложение № 1, т. 3;

5. „Разтвор на инвертна захар“ – за воден разтвор на захароза, частично инвертирана чрез хидролиза, в който инвертната захар не е преобладаваща част, със следните характеристики:

а) сухо вещество – не по-малко от 62 % w/w;

б) съдържание на инвертна захар (отношение фруктоза към декстроза: 1,0±0,1) – повече от 3 %, но не повече от 50 % w/w от сухото вещество;

в) съдържание на пепел – не повече от 0,4 % w/w от сухото вещество, определено съгласно метода по приложение № 1, т. 2;

6. „Сироп на инвертна захар“ – за воден разтвор, по възможност кристализиран, на захароза, частично инвертирана чрез хидролиза, в който съдържанието на инвертна захар (отношение фруктоза към декстроза: 1,0±0,1) трябва да бъде над 50 % w/w от сухото вещество, със следните характеристики:

а) сухо вещество – не по-малко от 62 % w/w;

б) съдържание на пепел – не повече от 0,4 % w/w от сухото вещество, определено съгласно метода по приложение № 1, т. 2;

7. „Глюкозен сироп“ – за пречистен и концентриран воден разтвор на захариди, получени от нишесте и/или инулин, със следните характеристики:

а) сухо вещество – не по-малко от 70 % w/w;

б) дектрозен еквивалент – не по-малко от 20 % w/w от сухото вещество, изразен като D-глюкоза;

в) сулфатна пепел – не повече от 1 % w/w от сухото вещество;

8. „Дехидратиран глюкозен сироп“ – за частично изсушен глюкозен сироп със следните характеристики:

а) сухо вещество – най-малко 93 % w/w;

б) дектрозен еквивалент – не по-малко от 20 % w/w от сухото вещество, изразен като D-глюкоза;

в) сулфатна пепел – не повече от 1 % w/w от сухото вещество;

9. „Декстроза“ или „Декстроза монохидрат“ – за пречистена и кристализирана D-глюкоза, която съдържа една молекула кристализационна вода, със следните характеристики:

а) декстроза (D-глюкоза) – не по-малко от 99,5 % w/w от сухото вещество;

б) сухо вещество – не по-малко от 90 % w/w;

в) сулфатна пепел – не повече от 0,25 % w/w от сухото вещество;

10. „Декстроза“ или „Безводна декстроза“ – за пречистена и кристализирана D-глюкоза, която не съдържа кристализационна вода, със следните характеристики:

а) сухо вещество – най-малко 98 % w/w;

б) декстроза (D-глюкоза) – не по-малко от 99,5 % w/w от сухото вещество;

в) сулфатна пепел – не повече от 0,25 % w/w от сухото вещество;

11. „Фруктоза“ – за пречистена и кристализирана D-фруктоза със следните характеристики:

а) съдържание на фруктоза – най-малко 98 %;

б) съдържание на глюкоза – най-много 0,5 %;

в) загуба на маса при сушене – не повече от 0,5 % w/w;

г) съдържание на пепел – не повече от 0,1 % w/w, определено съгласно метода по приложение № 1, т. 2.

(2) Определението „бяла“ в наименованията на захарите се използва за:

1. захарен разтвор, при който цветът на разтвора не надвишава 25 ICUMSA единици, определени съгласно метода по приложение № 1, т. 3;

2. разтвор на инвертна захар и сироп на инвертна захар, за които:

- а) съдържанието на пепел, определено съгласно метода по приложение № 1, т. 2, е не повече от 0,1 % w/w;
- б) цветът на разтвора не надвишава 25 ICUMSA единици, определени съгласно метода по приложение № 1, т. 3.

(3) Наименованието по ал. 1, т. 2 може да се използва за означаване на продукта по ал. 1, т. 3.

Чл. 3. Наименованията на захарите по чл. 2 се използват за търговско обозначаване единствено на продукти, които отговарят на изискванията на наредбата.

Чл. 4. (1) При етикетирание на захарите се спазват изискванията на Регламент (ЕС) № 1169/2011 на Европейския парламент и на Съвета от 25 октомври 2011 г. за предоставянето на информация за храните на потребителите, за изменение на регламенти (ЕО) № 1924/2006 и (ЕО) № 1925/2006 на Европейския парламент и на Съвета и за отмяна на Директива 87/250/ЕО на Комисията, Директива 90/496/ЕО на Съвета, Директива 1999/10/ЕО на Комисията, Директива 2000/13/ЕО на Европейския парламент и на Съвета, директиви 2002/67/ЕО и 2008/5/ЕО на Комисията и на Регламент (ЕО) № 608/2004 на Комисията (ОВ, L 304 от 22 ноември 2011 г.), и на Наредбата за предоставянето на информация на потребителите за храните, приета с Постановление № 97 на Министерския съвет от 2021 г. (ДВ, бр. 25 от 2021 г.).

(2) Към наименованията на захарите се допуска добавяне на пояснителни изрази, възприети в практиката.

(3) Наименованията на захарите може да бъдат включени в наименованията на други храни съгласно приетата практика за обозначаването им.

(4) Представянето на информацията по ал. 2 и 3 се извършва по начин, който не заблуждава потребителя относно състава и характеристиките на храните.

(5) Нетното тегло на предварително опаковани захари с маса под 5 g може да не се посочва върху етикета.

(6) При етикетирание на захарен разтвор, разтвор на инвертна захар и сироп на инвертна захар се обявяват сухото вещество и съдържанието на инвертна захар.

(7) При етикетирание на сироп на инвертна захар, който включва кристали в разтвора, към наименованието задължително се поставя изразът „кристализиран“.

(8) При етикетирание на глюкозен сироп и дехидратиран глюкозен сироп, които съдържат фруктоза в количество повече от 5 % w/w от сухото вещество, наименованията им като продукт или съставка на продукт се означават чрез изразите „глюкозо-фруктозен сироп“ или „фруктозо-глюкозен сироп“ и „дехидратиран глюкозо-фруктозен сироп“ или „дехидратиран фруктозо-глюкозен сироп“ в зависимост от преобладаващия глюкозен или фруктозен компонент.

Чл. 5. Вземане на проби и лабораторно изпитване на захари, предназначени за консумация от човека, за целите на официалния контрол, се извършва съгласно изискванията на Наредба № 7 от 2020 г. за условията и реда за вземане на проби и лабораторно изпитване на храни (обн., ДВ, бр. 89 от 2020 г.; изм. и доп., бр. 19 от 2021 г.).

Чл. 6. Определянето на показател „сухо вещество“ на:

1. глюкозен сироп, дехидратиран глюкозен сироп, декстроза монохидрат и безводна декстроза се извършва съгласно метода по приложение № 2;

2. захарен разтвор, разтвор на бяла захар, разтвор на инвертна захар, разтвор на бяла инвертна захар, сироп на инвертна захар, сироп на бяла инвертна захар се извършва съгласно метода по приложение № 3.

Чл. 7. Определянето на показател „загуба на маса при сушене“ на полубяла захар, захар или бяла захар и рафинирана бяла захар или екстра бяла захар се извършва съгласно метода по приложение № 4.

Чл. 8. Определянето на показател „сулфатна пепел“ на глюкозен сироп, дехидратиран глюкозен сироп, декстроза монохидрат и безводна декстроза се извършва съгласно метода по приложение № 5.

Чл. 9. (1) Определянето на показател „редуциращи захари“ на:

1. полубяла захар се извършва съгласно метода по приложение № 6;

2. захар или бяла захар и рафинирана бяла захар или екстра бяла захар се извършва съгласно метода по приложение № 7;

3. захарен разтвор, разтвор на бяла захар, разтвор на инвертна захар, разтвор на бяла инвертна захар, сироп на инвертна захар и сироп на бяла инвертна захар се извършва съгласно методите по приложение № 8 или № 9;

4. глюкозен сироп, дехидратиран глюкозен сироп, декстроза монохидрат и безводна декстроза се извършва съгласно методите по приложение № 8 или № 10.

(2) Когато за определянето на един показател може да се използват два или повече методи, методът се избира от лабораторията, която извършва анализа. Избраният метод задължително се посочва в протокола за извършен анализ.

Чл. 10. Определянето на показател „поляризация“ на полубяла захар, захар или бяла захар и на рафинирана бяла захар или екстра бяла захар се извършва съгласно метода по приложение № 11.

Чл. 11. Когато при описанието на методите се посочва „разтвор на реактив“ и няма други указания, се разбира воден разтвор.

Чл. 12. При описанието на методите за анализ са посочени само уреди и апарати, които са специални или за тях е задължителен специален стандарт, и не се посочва обичайното оборудване на лабораториите за анализ.

Чл. 13. Вземане на проби от захари се подготвят за анализ, като:

1. съдържанието на пробата се хомогенизира добре;

2. от пробата се отдели част, не по-малка от 200 g, и веднага се поставя в чист сух съд, който не пропуска влага и е снабден с херметично затваряща се запушалка.

Чл. 14. За провеждане на анализите, когато няма други изисквания, се използват:

1. реактиви с квалификация „чист за анализ“ (ч.з.а.);

2. дестилирана или дейонизирана вода с еквивалентна чистота.

Чл. 15. Резултатите от анализа представляват средната стойност от най-малко две изпитвания, които отговарят на критерия за повторямост, определен за съответния метод.

Чл. 16. Резултатите се изразяват като процент от масата на пробата, получена в лабораторията, освен когато има други указания. Те се закръгляват в зависимост от точността на метода за анализ.

Допълнителни разпоредби

§ 1. По смисъла на наредбата:

1. „ICUMSA единици“ са единици, изчислени по метода на ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analyses) по приложение № 1.

2. „% w/w“ е тегловен процент.

§ 2. С тази наредба се въвеждат изискванията на Директива 2001/111/ЕО на Съвета от 20 декември 2001 г. относно някои захари, предназначени за консумация от човека (ОВ, специално българско издание: глава 13, том 033) и на Първа Директива на Комисията от 26 юли 1979 г. за установяване на методи на Общността за анализ с цел контрол на някои захари, предназначени за консумация от човека (79/796/ЕО) (ОВ, специално българско издание: глава 13, том 005).

Заклучителна разпоредба

§ 3. Наредбата се приема на основание чл. 5 от Закона за храните.

Приложение № 1 към чл. 2, ал. 1, т. 2, буква „г“

Методи за определяне на цвят, съдържание на пепел и цвят на разтвора

Определянето на качествените характеристики цвят, съдържание на пепел и цвят на разтвора на захарите, предназначени за консумация от човека, се извършва съгласно методите по Глава А „Процедура за присъждане на точки“ на приложението към Регламент (ЕО) № 1265/69 на Комисията от 1 юли 1969 г. за установяване на методи за определяне качеството на изкупената от интервенционните агенции захар (ОВ, специално българско издание: глава 03, том 001), наричан по-нататък „Регламент (ЕО) № 1265/69“.

Качествените характеристики цвят, съдържание на пепел и цвят на разтвора се изразяват чрез представянето им с точки, както следва:

1. За показателя „цвят“ 1 точка съответства на 0,5 цветни единици, изчислени по метода на Института по технология за селскостопанската и захарната индустрия в Брунсвик по глава А, параграф 2 от приложението към Регламент (ЕО) № 1265/69.

2. За показателя „съдържание на пепел“ 1 точка съответства на 0,0018 % пепел, изчислени по метода на ICUMSA по глава А, параграф 1 от приложението към Регламент (ЕО) № 1265/69.

3. За показателя „цвят на разтвора“ 1 точка съответства на 7,5 единици ICUMSA, изчислени по метода на ICUMSA по глава А, параграф 3 от приложението към Регламент (ЕО) № 1265/69.

Приложение № 2 към чл. 6, т. 1

Метод за определяне на сухо вещество чрез сушене във вакуумна сушилня

1. Определение: „Съдържание на сухото вещество“ е съдържанието на сухо вещество, определено чрез метода сушене във вакуумна сушилня.

2. Предмет и област на приложение: методът сушене във вакуумна сушилня определя съдържанието на сухо вещество във:

2.1. глюкозен сироп;

- 2.2. дехидратиран глюкозен сироп;
- 2.3. декстроза монохидрат;
- 2.4. безводна декстроза.
3. Принцип: сухото вещество се определя при температура $70 \pm 1^\circ\text{C}$, като се използва вакуумна сушилня с налягане не повече от 3,3 kPa (34 mbar); анализираниите части глюкозен сироп или дехидратиран глюкозен сироп се подготвят чрез смесване с вода и кизелгур преди изсушаване.
4. Реактиви и апаратура:
 - 4.1. кизелгур: поставя се в Бюхнерова фуния и се пречиства няколко пъти чрез промиване с разредена солна киселина (1 ml концентрирана киселина, плътност при $20^\circ\text{C} = 1,19 \text{ g/ml}$ на литър вода); обработката завършва, когато промивната вода се запази трайно кисела; промива се с вода, докато стойността на pH на филтрираната вода надвиши стойност 4; изсушава се в пещта при температура $103 \pm 2^\circ\text{C}$ и се поставя в херметичен контейнер;
 - 4.2. вакуумна сушилня, херметична, термостатично контролирана, оборудвана с термометър и вакуумен манометър; сушилнята трябва да бъде проектирана така, че топлината бързо да се отдава на блудата, поставени върху рафтовете;
 - 4.3. механизъм за изсушаване на циркулиращия въздух, състоящ се от стъклена колона, пълна с прясно активиран сух силикагел или еквивалентен сушител, съдържащ индикатор за съдържание на вода; колоната се включва последователно с газов скруббер, съдържащ концентрирана сярна киселина; той се свързва с отвора за всмукване на въздух на сушилнята;
 - 4.4. вакуумна помпа, която поддържа налягане в сушилнята 3,3 kPa (34 mbar) или по-ниско;
 - 4.5. метално тегловно блюдо с плоско дъно, устойчиво на влияние на пробите и условията на изпитване, с диаметър най-малко 100 mm и дълбочина не по-малко от 300 mm;
 - 4.6. стъклена бъркалка с дължина, която не позволява да падне изцяло в контейнера;
 - 4.7. ексикатор, съдържащ прясно активиран сух силикагел или еквивалентен сушител, с индикатор за съдържание на вода;
 - 4.8. аналитични везни с точност до 0,1 mg.
5. Начин на работа:
 - 5.1. изсипват се около 30 g кизелгур (т. 4.1) в тегловното блюдо (т. 4.5), снабдено със стъклена бъркалка (т. 4.6); всичко това се поставя в сушилнята (т. 4.2) при температура $70 \pm 1^\circ\text{C}$ и налягането се намалява до 3,3 kPa (34 mbar) или по-ниско; изсушаването продължава най-малко 5 часа, като през механизма за изсушаване в сушилнята влиза бавен поток от въздух; налягането се проверява периодически и когато се налага, се коригира;
 - 5.2. възстановява се атмосферното налягане в сушилнята, като внимателно се увеличава потокът от сухия въздух; веднага след това блудото заедно със стъклената бъркалка се поставя в ексикатора (т. 4.7); охлажда се, след което се претегля;
 - 5.3. претеглят се с точност до 1 mg около 10 g от пробата за анализ в 100-милилитрова Бехерова чаша;
 - 5.4. частта за анализ се разрежда с 10 ml топла вода и разтворът се прехвърля количествено в тегловното блюдо (т. 4.5) с помощта на стъклената бъркалка (т. 4.6);
 - 5.5. блудото, съдържащо частта за анализ, заедно със стъклената бъркалка се поставя в сушилнята и налягането се намалява до 3,3 kPa (34 mbar) или по-ниско; суши се при температура $70 \pm 1^\circ\text{C}$, като в същото време бавен поток от сух въздух преминава през сушилнята; сушенето продължава 20 часа; голяма част от загубите настъпват до края на първия ден; необходимо е вакуум помпата да работи при предварително зададено налягане и да позволява нахлуването на бавен поток от сух въздух в сушилнята, който да поддържа налягане от около 3,3 kPa (34 mbar) или по-ниско през нощта;
 - 5.6. атмосферното налягане в сушилнята се възстановява, като внимателно се увеличава подаването на сух въздух; веднага се поставя тегловното блюдо заедно със съдържанието му в ексикатора; охлажда се, след което се претегля с точност до 1 mg;
 - 5.7. действието (т. 5.5) продължава още 4 часа; възстановява се атмосферното налягане в сушилнята и блудото веднага се поставя в ексикатора; охлажда се, след което се претегля; установява се дали е постигната постоянна маса; счита се, че е достигната постоянна маса, когато разликата между две претегляния на същото блюдо не превишава 2 mg; когато разликата е по-голяма, операцията по т. 5.7 се повтаря;
 - 5.8. не се изисква използването на кизелгур или вода при определяне съдържанието на сухо вещество в проби от безводна декстроза и декстроза монохидрат.
6. Изразяване на резултатите:
 - 6.1. формула и методи на изчисление: съдържанието на сухо вещество като процент от масата на пробата се изразява чрез:

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

където:

m_0 е първоначалната маса на анализирания част в g;

m_1 – масата в g на тегловното блюдо плюс кизелгура, стъклената бъркалка и остатъка от анализирания част след сушенето;

m_2 – масата в g на тегловното блюдо плюс кизелгура и стъклената бъркалка;

6.2. повторемост: не е допустимо разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, да превишава 0,12 g на 100 g от пробата.

Приложение № 3 към чл. 6, т. 2

Рефрактометричен метод за определяне на общо сухо вещество

1. Определение: „Съдържание на сухо вещество“ е съдържанието на сухо вещество, определено чрез рефрактометричния метод.
2. Предмет и област на приложение: рефрактометричния метод определя съдържанието на сухо вещество във:
 - 2.1. захарен разтвор;
 - 2.2. разтвор на бяла захар;
 - 2.3. разтвор на инвертна захар;
 - 2.4. разтвор на бяла инвертна захар;
 - 2.5. сироп на инвертна захар;
 - 2.6. сироп на бяла инвертна захар.
3. Принцип: рефракционният индекс на анализирания част се определя при 20°C и се превръща в съдържание на сухо вещество посредством таблиците, посочващи концентрацията като функция от рефракционния индекс.
4. Реактиви и апаратура:
 - 4.1. рефрактометър с точност 4 десетични знака, снабден с термометър и водна циркулационна помпа, свързана с водна баня, термостатично контролирана при $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$;
 - 4.2. източник на светлина, състоящ се от натриева лампа.
5. Начин на работа:
 - 5.1. когато в пробата има остатъчни кристали, те се разтварят отново, като пробата се разрежда в отношение 1:1 (w/w);
 - 5.2. измерва се рефракционният индекс на пробата в рефрактометъра (т. 4.1) при 20°C .
6. Изразяване и изчисляване на резултатите:
 - 6.1. изчислява се съдържанието на сухо вещество от рефракционните индекси за разтвори на захароза при 20°C от справочната таблица и се коригира за наличие на инвертни захари, като се прибавя към получения от таблицата резултат 0,022 за всеки 1 % инвертна захар, намираща се в анализирания проба;
 - 6.2. когато пробата е била разреждана до 1:1 (w/w) с вода, изчисленото съдържание на сухо вещество трябва да бъде умножено по 2;
 - 6.3. повторемост: разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или непосредствено едно след друго на една и съща проба от един аналитик при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,2 g сухо вещество на 100 g проба.

Справочна таблица

Рефракционни индекси (n) на разтвори от захароза при 20°C (¹)

n захароза (20°C) (%)	n захароза (20°C) (%)	n захароза (20°C) (%)	n захароза (20°C) (%)	n захароза (20°C) (%)
1,3330 0,009	1,3375 3,122	1,3420 6,165	1,3465 9,139	1,3510 12,048
1,3331 0,078	1,3376 3,190	1,3421 6,231	1,3466 9,205	1,3511 12,112
1,3332 0,149	1,3377 3,259	1,3422 6,298	1,3467 9,270	1,3512 12,176
1,3333 0,218	1,3378 3,327	1,3423 6,365	1,3468 9,335	1,3513 12,240

1,3334	0,288	1,3379	3,395	1,3424	6,432	1,3469	9,400	1,3514	12,304
1,3335	0,358	1,3380	3,463	1,3425	6,498	1,3470	9,466	1,3515	12,368
1,3336	0,428	1,3381	3,532	1,3426	6,565	1,3471	9,531	1,3516	12,431
1,3337	0,498	1,3382	3,600	1,3427	6,632	1,3472	9,596	1,3517	12,495
1,3338	0,567	1,3383	3,668	1,3428	6,698	1,3473	9,661	1,3518	12,559
1,3339	0,637	1,3384	3,736	1,3429	6,765	1,3474	9,726	1,3519	12,623
1,3340	0,707	1,3385	3,804	1,3430	6,831	1,3475	9,791	1,3520	12,686
1,3341	0,776	1,3386	3,872	1,3431	6,898	1,3476	9,856	1,3521	12,750
1,3342	0,846	1,3387	3,940	1,3432	6,964	1,3477	9,921	1,3522	12,813
1,3343	0,915	1,3388	4,008	1,3433	7,031	1,3478	9,986	1,3523	12,877
1,3344	0,985	1,3389	4,076	1,3434	7,097	1,3479	10,051	1,3524	12,940
1,3345	1,054	1,3390	4,144	1,3435	7,164	1,3480	10,116	1,3525	13,004
1,3346	1,124	1,3391	4,212	1,3436	7,230	1,3481	10,181	1,3526	13,067
1,3347	1,193	1,3392	4,279	1,3437	7,296	1,3482	10,246	1,3527	13,131
1,3348	1,263	1,3393	4,347	1,3438	7,362	1,3483	10,311	1,3528	13,194
1,3349	1,332	1,3394	4,415	1,3439	7,429	1,3484	10,375	1,3529	13,258
1,3350	1,401	1,3395	4,483	1,3440	7,495	1,3485	10,440	1,3530	13,321
1,3351	1,470	1,3396	4,550	1,3441	7,561	1,3486	10,505	1,3531	13,384
1,3352	1,540	1,3397	4,618	1,3442	7,627	1,3487	10,570	1,3532	13,448
1,3353	1,609	1,3398	4,686	1,3443	7,693	1,3488	10,634	1,3533	13,511
1,3354	1,678	1,3399	4,753	1,3444	7,759	1,3489	10,699	1,3534	13,574
1,3355	1,747	1,3400	4,821	1,3445	7,825	1,3490	10,763	1,3535	13,637
1,3356	1,816	1,3401	4,888	1,3446	7,891	1,3491	10,828	1,3536	13,700
1,3357	1,885	1,3402	4,956	1,3447	7,957	1,3492	10,892	1,3537	13,763
1,3358	1,954	1,3403	5,023	1,3448	8,023	1,3493	10,957	1,3538	13,826
1,3359	2,023	1,3404	5,091	1,3449	8,089	1,3494	11,021	1,3539	13,890
1,3360	2,092	1,3405	5,158	1,3450	8,155	1,3495	11,086	1,3540	13,953
1,3361	2,161	1,3406	5,225	1,3451	8,221	1,3496	11,150	1,3541	14,016
1,3362	2,230	1,3407	5,293	1,3452	8,287	1,3497	11,215	1,3542	14,079
1,3363	2,299	1,3408	5,360	1,3453	8,352	1,3498	11,279	1,3543	14,141
1,3364	2,367	1,3409	5,427	1,3454	8,418	1,3499	11,343	1,3544	14,204
1,3365	2,436	1,3410	5,494	1,3455	8,484	1,3500	11,407	1,3545	14,267
1,3366	2,505	1,3411	5,562	1,3456	8,550	1,3501	11,472	1,3546	14,330
1,3367	2,574	1,3412	5,629	1,3457	8,615	1,3502	11,536	1,3547	14,393
1,3368	2,642	1,3413	5,696	1,3458	8,681	1,3503	11,600	1,3548	14,456
1,3369	2,711	1,3414	5,763	1,3459	8,746	1,3504	11,664	1,3549	14,518
1,3370	2,779	1,3415	5,830	1,3460	8,812	1,3505	11,728	1,3550	14,581
1,3371	2,848	1,3416	5,897	1,3461	8,878	1,3506	11,792	1,3551	14,644
1,3372	2,917	1,3417	5,964	1,3462	8,943	1,3507	11,856	1,3552	14,707
1,3373	2,985	1,3418	6,031	1,3463	9,008	1,3508	11,920	1,3553	14,769
1,3374	3,053	1,3419	6,098	1,3464	9,074	1,3509	11,984	1,3554	14,832
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
1,3560	15,207	1,3615	18,595	1,3670	21,896	1,3725	25,114	1,3780	28,253
1,3561	15,269	1,3616	18,655	1,3671	21,955	1,3726	25,172	1,3781	28,310
1,3562	15,332	1,3617	18,716	1,3672	22,014	1,3727	25,230	1,3782	28,366
1,3563	15,394	1,3618	18,777	1,3673	22,073	1,3728	25,287	1,3783	28,422
1,3564	15,456	1,3619	18,837	1,3674	22,132	1,3729	25,345	1,3784	28,479
1,3565	15,518	1,3620	18,898	1,3675	22,192	1,3730	25,403	1,3785	28,535
1,3566	15,581	1,3621	18,959	1,3676	22,251	1,3731	25,460	1,3786	28,591
1,3567	15,643	1,3622	19,019	1,3677	22,310	1,3732	25,518	1,3787	28,648
1,3568	15,705	1,3623	19,080	1,3678	22,369	1,3733	25,576	1,3788	28,704
1,3569	15,767	1,3624	19,141	1,3679	22,428	1,3734	25,633	1,3789	28,760
1,3570	15,829	1,3625	19,201	1,3680	22,487	1,3735	25,691	1,3790	28,816
1,3571	15,891	1,3626	19,262	1,3681	22,546	1,3736	25,748	1,3791	28,872
1,3572	15,953	1,3627	19,322	1,3682	22,605	1,3737	25,806	1,3792	28,928
1,3573	16,016	1,3628	19,382	1,3683	22,664	1,3738	25,863	1,3793	28,984
1,3574	16,078	1,3629	19,443	1,3684	22,723	1,3739	25,921	1,3794	29,040
1,3575	16,140	1,3630	19,503	1,3685	22,781	1,3740	25,978	1,3795	29,096
1,3576	16,201	1,3631	19,564	1,3686	22,840	1,3741	26,035	1,3796	29,152
1,3577	16,263	1,3632	19,624	1,3687	22,899	1,3742	26,093	1,3797	29,208
1,3578	16,325	1,3633	19,684	1,3688	22,958	1,3743	26,150	1,3798	29,264
1,3579	16,387	1,3634	19,745	1,3689	23,017	1,3744	26,207	1,3799	29,320
1,3580	16,449	1,3635	19,805	1,3690	23,075	1,3745	26,265	1,3800	29,376
1,3581	16,511	1,3636	19,865	1,3691	23,134	1,3746	26,322	1,3801	29,432
1,3582	16,573	1,3637	19,925	1,3692	23,193	1,3747	26,379	1,3802	29,488
1,3583	16,634	1,3638	19,985	1,3693	23,251	1,3748	26,436	1,3803	29,544
1,3584	16,696	1,3639	20,045	1,3694	23,310	1,3749	26,493	1,3804	29,600
1,3585	16,758	1,3640	20,106	1,3695	23,369	1,3750	26,551	1,3805	29,655
1,3586	16,819	1,3641	20,166	1,3696	23,427	1,3751	26,608	1,3806	29,711

1,3587	16,881	1,3642	20,226	1,3697	23,486	1,3752	26,665	1,3807	29,767
1,3588	16,943	1,3643	20,286	1,3698	23,544	1,3753	26,722	1,3808	29,823
1,3589	17,004	1,3644	20,346	1,3699	23,603	1,3754	26,779	1,3809	29,878
1,3590	17,066	1,3645	20,406	1,3700	23,661	1,3755	26,836	1,3810	29,934
1,3591	17,127	1,3646	20,466	1,3701	23,720	1,3756	26,893	1,3811	29,989
1,3592	17,189	1,3647	20,525	1,3702	23,778	1,3757	26,950	1,3812	30,045
1,3593	17,250	1,3648	20,585	1,3703	23,836	1,3758	27,007	1,3813	30,101
1,3594	17,311	1,3649	20,645	1,3704	23,895	1,3759	27,064	1,3814	30,156
1,3595	17,373	1,3650	20,705	1,3705	23,953	1,3760	27,121	1,3815	30,212
1,3596	17,434	1,3651	20,765	1,3706	24,011	1,3761	27,178	1,3816	30,267
1,3597	17,496	1,3652	20,825	1,3707	24,070	1,3762	27,234	1,3817	30,323
1,3598	17,557	1,3653	20,884	1,3708	24,128	1,3763	27,291	1,3818	30,378
1,3599	17,618	1,3654	20,944	1,3709	24,186	1,3764	27,348	1,3819	30,434
1,3600	17,679	1,3655	21,004	1,3710	24,244	1,3765	27,405	1,3820	30,489
1,3601	17,741	1,3656	21,063	1,3711	24,302	1,3766	27,462	1,3821	30,544
1,3602	17,802	1,3657	21,123	1,3712	24,361	1,3767	27,518	1,3822	30,600
1,3603	17,863	1,3658	21,183	1,3713	24,419	1,3768	27,575	1,3823	30,655
1,3604	17,924	1,3659	21,242	1,3714	24,477	1,3769	27,632	1,3824	30,711
1,3605	17,985	1,3660	21,302	1,3715	24,535	1,3770	27,688	1,3825	30,766
1,3606	18,046	1,3661	21,361	1,3716	24,593	1,3771	27,745	1,3826	30,821
1,3607	18,107	1,3662	21,421	1,3717	24,651	1,3772	27,802	1,3827	30,876
1,3608	18,168	1,3663	21,480	1,3718	24,709	1,3773	27,858	1,3828	30,932
1,3609	18,229	1,3664	21,540	1,3719	24,767	1,3774	27,915	1,3829	30,987
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
1,3835	31,317	1,3890	34,310	1,3945	37,233	1,4000	40,091	1,4055	42,887
1,3836	31,372	1,3891	34,363	1,3946	37,286	1,4001	40,142	1,4056	42,937
1,3837	31,428	1,3892	34,417	1,3947	37,338	1,4002	40,194	1,4057	42,987
1,3838	31,482	1,3893	34,471	1,3948	37,391	1,4003	40,245	1,4058	43,037
1,3839	31,537	1,3894	34,524	1,3949	37,443	1,4004	40,296	1,4059	43,088
1,3840	31,592	1,3895	34,578	1,3950	37,495	1,4005	40,348	1,4060	43,138
1,3841	31,647	1,3896	34,632	1,3951	37,548	1,4006	40,399	1,4061	43,188
1,3842	31,702	1,3897	34,685	1,3952	37,600	1,4007	40,450	1,4062	43,238
1,3843	31,757	1,3898	34,739	1,3953	37,653	1,4008	40,501	1,4063	43,288
1,3844	31,812	1,3899	34,793	1,3954	37,705	1,4009	40,553	1,4064	43,338
1,3845	31,867	1,3900	34,846	1,3955	37,757	1,4010	40,604	1,4065	43,388
1,3846	31,922	1,3901	34,900	1,3956	37,810	1,4011	40,655	1,4066	43,439
1,3847	31,976	1,3902	34,953	1,3957	37,862	1,4012	40,706	1,4067	43,489
1,3848	32,031	1,3903	35,007	1,3958	37,914	1,4013	40,757	1,4068	43,539
1,3849	32,086	1,3904	35,060	1,3959	37,967	1,4014	40,808	1,4069	43,589
1,3850	32,140	1,3905	35,114	1,3960	38,019	1,4015	40,860	1,4070	43,639
1,3851	32,195	1,3906	35,167	1,3961	38,071	1,4016	40,911	1,4071	43,689
1,3852	32,250	1,3907	35,220	1,3962	38,123	1,4017	40,962	1,4072	43,739
1,3853	32,304	1,3908	35,274	1,3963	38,175	1,4018	41,013	1,4073	43,789
1,3854	32,359	1,3909	35,327	1,3964	38,228	1,4019	41,064	1,4074	43,838
1,3855	32,414	1,3910	35,380	1,3965	38,280	1,4020	41,115	1,4075	43,888
1,3856	32,468	1,3911	35,434	1,3966	38,332	1,4021	41,166	1,4076	43,938
1,3857	32,523	1,3912	35,487	1,3967	38,384	1,4022	41,217	1,4077	43,988
1,3858	32,577	1,3913	35,540	1,3968	38,436	1,4023	41,268	1,4078	44,038
1,3859	32,632	1,3914	35,593	1,3969	38,488	1,4024	41,318	1,4079	44,088
1,3860	32,686	1,3915	35,647	1,3970	38,540	1,4025	41,369	1,4080	44,138
1,3861	32,741	1,3916	35,700	1,3971	38,592	1,4026	41,420	1,4081	44,187
1,3862	32,795	1,3917	35,753	1,3972	38,644	1,4027	41,471	1,4082	44,237
1,3863	32,849	1,3918	35,806	1,3973	38,696	1,4028	41,522	1,4083	44,287
1,3864	32,904	1,3919	35,859	1,3974	38,748	1,4029	41,573	1,4084	44,337
1,3865	32,958	1,3920	35,912	1,3975	38,800	1,4030	41,623	1,4085	44,386
1,3866	33,013	1,3921	35,966	1,3976	38,852	1,4031	41,674	1,4086	44,436
1,3867	33,067	1,3922	36,019	1,3977	38,904	1,4032	41,725	1,4087	44,486
1,3868	33,121	1,3923	36,072	1,3978	38,955	1,4033	41,776	1,4088	44,535
1,3869	33,175	1,3924	36,125	1,3979	39,007	1,4034	41,826	1,4089	44,585
1,3870	33,230	1,3925	36,178	1,3980	39,059	1,4035	41,877	1,4090	44,635
1,3871	33,284	1,3926	36,231	1,3981	39,111	1,4036	41,928	1,4091	44,684
1,3872	33,338	1,3927	36,284	1,3982	39,163	1,4037	41,978	1,4092	44,734
1,3873	33,392	1,3928	36,337	1,3983	39,214	1,4038	42,029	1,4093	44,783
1,3874	33,446	1,3929	36,389	1,3984	39,266	1,4039	42,080	1,4094	44,833
1,3875	33,500	1,3930	36,442	1,3985	39,318	1,4040	42,130	1,4095	44,882
1,3876	33,555	1,3931	36,495	1,3986	39,370	1,4041	42,181	1,4096	44,932
1,3877	33,609	1,3932	36,548	1,3987	39,421	1,4042	42,231	1,4097	44,981
1,3878	33,663	1,3933	36,601	1,3988	39,473	1,4043	42,282	1,4098	45,031
1,3879	33,717	1,3934	36,654	1,3989	39,525	1,4044	42,332	1,4099	45,080

1,3880	33,771	1,3935	36,706	1,3990	39,576	1,4045	42,383	1,4100	45,130
1,3881	33,825	1,3936	36,759	1,3991	39,628	1,4046	42,433	1,4101	45,179
1,3882	33,879	1,3937	36,812	1,3992	39,679	1,4047	42,484	1,4102	45,228
1,3883	33,933	1,3938	36,865	1,3993	39,731	1,4048	42,534	1,4103	45,278
1,3884	33,987	1,3939	36,917	1,3994	39,782	1,4049	42,585	1,4104	45,327
1,4105	45,376	1,4160	48,061	1,4215	50,691	1,4270	53,269	1,4325	55,798
1,4106	45,426	1,4161	48,109	1,4216	50,738	1,4271	53,316	1,4326	55,844
1,4107	45,475	1,4162	48,158	1,4217	50,786	1,4272	53,362	1,4327	55,889
1,4108	45,524	1,4163	48,206	1,4218	50,833	1,4273	53,408	1,4328	55,935
1,4109	45,574	1,4164	48,254	1,4219	50,880	1,4274	53,455	1,4329	55,980
1,4110	45,623	1,4165	48,302	1,4220	50,928	1,4275	53,501	1,4330	56,026
1,4111	45,672	1,4166	48,350	1,4221	50,975	1,4276	53,548	1,4331	56,071
1,4112	45,721	1,4167	48,399	1,4222	51,022	1,4277	53,594	1,4332	56,116
1,4113	45,770	1,4168	48,447	1,4223	51,069	1,4278	53,640	1,4333	56,162
1,4114	45,820	1,4169	48,495	1,4224	51,116	1,4279	53,686	1,4334	56,207
1,4115	45,869	1,4170	48,543	1,4225	51,164	1,4280	53,733	1,4335	56,253
1,4116	45,918	1,4171	48,591	1,4226	51,211	1,4281	53,779	1,4336	56,298
1,4117	46,967	1,4172	48,639	1,4227	51,258	1,4282	53,825	1,4337	56,343
1,4118	46,016	1,4173	48,687	1,4228	51,305	1,4283	53,871	1,4338	56,389
1,4119	46,065	1,4174	48,735	1,4229	51,352	1,4284	53,918	1,4339	56,434
1,4120	46,114	1,4175	48,784	1,4230	51,399	1,4285	53,964	1,4340	56,479
1,4121	46,163	1,4176	48,832	1,4231	51,446	1,4286	54,010	1,4341	56,525
1,4122	46,212	1,4177	48,880	1,4232	51,493	1,4287	54,056	1,4342	56,570
1,4123	46,261	1,4178	48,928	1,4233	51,540	1,4288	54,102	1,4343	56,615
1,4124	46,310	1,4179	48,976	1,4234	51,587	1,4289	54,148	1,4344	56,660
1,4125	46,359	1,4180	49,023	1,4235	51,634	1,4290	54,194	1,4345	56,706
1,4126	46,408	1,4181	49,071	1,4236	51,681	1,4291	54,241	1,4346	56,751
1,4127	46,457	1,4182	49,119	1,4237	51,728	1,4292	54,287	1,4347	56,796
1,4128	46,506	1,4183	49,167	1,4238	51,775	1,4293	54,333	1,4348	56,841
1,4129	46,555	1,4184	49,215	1,4239	51,822	1,4294	54,379	1,4349	56,887
1,4130	46,604	1,4185	49,263	1,4240	51,869	1,4295	54,425	1,4350	56,932
1,4131	46,652	1,4186	49,311	1,4241	51,916	1,4296	54,471	1,4351	56,977
1,4132	46,701	1,4187	49,359	1,4242	51,963	1,4297	54,517	1,4352	57,022
1,4133	46,750	1,4188	49,407	1,4243	52,010	1,4298	54,563	1,4353	57,067
1,4134	46,799	1,4189	49,454	1,4244	52,057	1,4299	54,609	1,4354	57,112
1,4135	46,848	1,4190	49,502	1,4245	52,104	1,4300	54,655	1,4355	57,157
1,4136	46,896	1,4191	49,550	1,4246	52,150	1,4301	54,701	1,4356	57,202
1,4137	46,945	1,4192	49,598	1,4247	52,197	1,4302	54,746	1,4357	57,247
1,4138	46,994	1,4193	49,645	1,4248	52,244	1,4303	54,792	1,4358	57,292
1,4139	47,043	1,4194	49,693	1,4249	52,291	1,4304	54,838	1,4359	57,337
1,4140	47,091	1,4195	49,741	1,4250	52,338	1,4305	54,884	1,4360	57,382
1,4141	47,140	1,4196	49,788	1,4251	52,384	1,4306	54,930	1,4361	57,427
1,4142	47,188	1,4197	49,836	1,4252	52,431	1,4307	54,976	1,4362	57,472
1,4143	47,237	1,4198	49,884	1,4253	52,478	1,4308	55,022	1,4363	57,517
1,4144	47,286	1,4199	49,931	1,4254	52,524	1,4309	55,067	1,4364	57,562
1,4145	47,334	1,4200	49,979	1,4255	52,571	1,4310	55,113	1,4365	57,607
1,4146	47,383	1,4201	50,027	1,4256	52,618	1,4311	55,159	1,4366	57,652
1,4147	47,431	1,4202	50,074	1,4257	52,664	1,4312	55,205	1,4367	57,697
1,4148	47,480	1,4203	50,122	1,4258	52,711	1,4313	55,250	1,4368	57,742
1,4149	47,528	1,4204	50,169	1,4259	52,758	1,4314	55,296	1,4369	57,787
1,4150	47,577	1,4205	50,217	1,4260	52,804	1,4315	55,342	1,4370	57,832
1,4151	47,625	1,4206	50,264	1,4261	52,851	1,4316	55,388	1,4371	57,877
1,4152	47,674	1,4207	50,312	1,4262	52,897	1,4317	55,433	1,4372	57,921
1,4153	47,722	1,4208	50,359	1,4263	52,944	1,4318	55,479	1,4373	57,966
1,4154	47,771	1,4209	50,407	1,4264	52,990	1,4319	55,524	1,4374	58,011
1,4155	47,819	1,4210	50,454	1,4265	53,037	1,4320	55,570	1,4375	58,056
1,4156	47,868	1,4211	50,502	1,4266	53,083	1,4321	55,616	1,4376	58,101
1,4157	47,916	1,4212	50,549	1,4267	53,130	1,4322	55,661	1,4377	58,145
1,4158	47,964	1,4213	50,596	1,4268	53,176	1,4323	55,707	1,4378	58,190
1,4159	48,013	1,4214	50,644	1,4269	53,223	1,4324	55,752	1,4379	58,235
1,4380	58,279	1,4435	60,716	1,4490	63,108	1,4545	65,460	1,4600	67,771
1,4381	58,324	1,4436	60,759	1,4491	63,152	1,4546	65,502	1,4601	67,813
1,4382	58,369	1,4437	60,803	1,4492	63,195	1,4547	65,544	1,4602	67,854
1,4383	58,413	1,4438	60,847	1,4493	63,238	1,4548	65,587	1,4603	67,896
1,4384	58,458	1,4439	60,891	1,4494	63,281	1,4549	65,629	1,4604	67,938
1,4385	58,503	1,4440	60,935	1,4495	63,324	1,4550	65,672	1,4605	67,979
1,4386	58,547	1,4441	60,979	1,4496	63,367	1,4551	65,714	1,4606	68,021
1,4387	58,592	1,4442	61,023	1,4497	63,410	1,4552	65,756	1,4607	68,063
1,4388	58,637	1,4443	61,066	1,4498	63,453	1,4553	65,798	1,4608	68,104
1,4389	58,681	1,4444	61,110	1,4499	63,496	1,4554	65,841	1,4609	68,146
1,4390	58,726	1,4445	61,154	1,4500	63,539	1,4555	65,883	1,4610	68,187
1,4391	58,770	1,4446	61,198	1,4501	63,582	1,4556	65,925	1,4611	68,229
1,4392	58,815	1,4447	61,241	1,4502	63,625	1,4557	65,967	1,4612	68,270
1,4393	58,859	1,4448	61,285	1,4503	63,668	1,4558	66,010	1,4613	68,312

1,4394	58,904	1,4449	61,329	1,4504	63,711	1,4559	66,052	1,4614	68,353
1,4395	58,948	1,4450	61,372	1,4505	63,754	1,4560	66,094	1,4615	68,395
1,4396	58,993	1,4451	61,416	1,4506	63,797	1,4561	66,136	1,4616	68,436
1,4397	59,037	1,4452	61,460	1,4507	63,840	1,4562	66,178	1,4617	68,478
1,4398	59,082	1,4453	61,503	1,4508	63,882	1,4563	66,221	1,4618	68,519
1,4399	59,126	1,4454	61,547	1,4509	63,925	1,4564	66,263	1,4619	68,561
1,4400	59,170	1,4455	61,591	1,4510	63,968	1,4565	66,305	1,4620	68,602
1,4401	59,215	1,4456	61,634	1,4511	64,011	1,4566	66,347	1,4621	68,643
1,4402	59,259	1,4457	61,678	1,4512	64,054	1,4567	66,389	1,4622	68,685
1,4403	59,304	1,4458	61,721	1,4513	64,097	1,4568	66,431	1,4623	68,726
1,4404	59,348	1,4459	61,765	1,4514	64,139	1,4569	66,473	1,4624	68,768
1,4405	59,392	1,4460	61,809	1,4515	64,182	1,4570	66,515	1,4625	68,809
1,4406	59,437	1,4461	61,852	1,4516	64,225	1,4571	66,557	1,4626	68,850
1,4407	59,481	1,4462	61,896	1,4517	64,268	1,4572	66,599	1,4627	68,892
1,4408	59,525	1,4463	61,939	1,4518	64,311	1,4573	66,641	1,4628	68,933
1,4409	59,569	1,4464	61,983	1,4519	64,353	1,4574	66,683	1,4629	68,974
1,4410	59,614	1,4465	62,026	1,4520	64,396	1,4575	66,725	1,4630	69,016
1,4411	59,658	1,4466	62,070	1,4521	64,439	1,4576	66,767	1,4631	69,057
1,4412	59,702	1,4467	62,113	1,4522	64,481	1,4577	66,809	1,4632	69,098
1,4413	59,746	1,4468	62,156	1,4523	64,524	1,4578	66,851	1,4633	69,139
1,4414	59,791	1,4469	62,200	1,4524	64,567	1,4579	66,893	1,4634	69,181
1,4415	59,835	1,4470	62,243	1,4525	64,609	1,4580	66,935	1,4635	69,222
1,4416	59,879	1,4471	62,287	1,4526	64,652	1,4581	66,977	1,4636	69,263
1,4417	59,923	1,4472	62,330	1,4527	64,695	1,4582	67,019	1,4637	69,304
1,4418	59,967	1,4473	62,373	1,4528	64,737	1,4583	67,061	1,4638	69,346
1,4419	60,011	1,4474	62,417	1,4529	64,780	1,4584	67,103	1,4639	69,387
1,4420	60,056	1,4475	62,460	1,4530	64,823	1,4585	67,145	1,4640	69,428
1,4421	60,100	1,4476	62,503	1,4531	64,865	1,4586	67,186	1,4641	69,469
1,4422	60,144	1,4477	62,547	1,4532	64,908	1,4587	67,228	1,4642	69,510
1,4423	60,188	1,4478	62,590	1,4533	64,950	1,4588	67,270	1,4643	69,551
1,4424	60,232	1,4479	62,633	1,4534	64,993	1,4589	67,312	1,4644	69,593
1,4425	60,276	1,4480	62,677	1,4535	65,035	1,4590	67,354	1,4645	69,634
1,4426	60,320	1,4481	62,720	1,4536	65,078	1,4591	67,396	1,4646	69,675
1,4427	60,364	1,4482	62,763	1,4537	65,120	1,4592	67,437	1,4647	69,716
1,4428	60,408	1,4483	62,806	1,4538	65,163	1,4593	67,479	1,4648	69,757
1,4429	60,452	1,4484	62,849	1,4539	65,205	1,4594	67,521	1,4649	69,798
1,4430	60,496	1,4485	62,893	1,4540	65,248	1,4595	67,563	1,4650	69,839
1,4431	60,540	1,4486	62,936	1,4541	65,290	1,4596	67,604	1,4651	69,880
1,4432	60,584	1,4487	62,979	1,4542	65,333	1,4597	67,646	1,4652	69,921
1,4433	60,628	1,4488	63,022	1,4543	65,375	1,4598	67,688	1,4653	69,962
1,4434	60,672	1,4489	63,065	1,4544	65,417	1,4599	67,729	1,4654	70,003
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
1,4660	70,249	1,4715	72,482	1,4770	74,678	1,4825	76,841	1,4880	78,969
1,4661	70,290	1,4716	72,522	1,4771	74,718	1,4826	76,880	1,4881	79,008
1,4662	70,331	1,4717	72,562	1,4772	74,758	1,4827	76,919	1,4882	79,046
1,4663	70,372	1,4718	72,602	1,4773	74,797	1,4828	76,958	1,4883	79,084
1,4664	70,413	1,4719	72,643	1,4774	74,837	1,4829	76,997	1,4884	79,123
1,4665	70,453	1,4720	72,683	1,4775	74,876	1,4830	77,036	1,4885	79,161
1,4666	70,494	1,4721	72,723	1,4776	74,916	1,4831	77,075	1,4886	79,199
1,4667	70,535	1,4722	72,763	1,4777	74,956	1,4832	77,113	1,4887	79,238
1,4668	70,576	1,4723	72,803	1,4778	74,995	1,4833	77,152	1,4888	79,276
1,4669	70,617	1,4724	72,843	1,4779	75,035	1,4834	77,191	1,4889	79,314
1,4670	70,658	1,4725	72,884	1,4780	75,074	1,4835	77,230	1,4890	79,353
1,4671	70,698	1,4726	72,924	1,4781	75,114	1,4836	77,269	1,4891	79,391
1,4672	70,739	1,4727	72,964	1,4782	75,153	1,4837	77,308	1,4892	79,429
1,4673	70,780	1,4728	73,004	1,4783	75,193	1,4838	77,347	1,4893	79,468
1,4674	70,821	1,4729	73,044	1,4784	75,232	1,4839	77,386	1,4894	79,506
1,4675	70,861	1,4730	73,084	1,4785	75,272	1,4840	77,425	1,4895	79,544
1,4676	70,902	1,4731	73,124	1,4786	75,311	1,4841	77,463	1,4896	79,582
1,4677	70,943	1,4732	73,164	1,4787	75,350	1,4842	77,502	1,4897	79,620
1,4678	70,984	1,4733	73,204	1,4788	75,390	1,4843	77,541	1,4898	79,659
1,4679	71,024	1,4734	73,244	1,4789	75,429	1,4844	77,580	1,4899	79,697
1,4680	71,065	1,4735	73,285	1,4790	75,469	1,4845	77,619	1,4900	79,735
1,4681	71,106	1,4736	73,325	1,4791	75,508	1,4846	77,657	1,4901	79,773
1,4682	71,146	1,4737	73,365	1,4792	75,547	1,4847	77,696	1,4902	79,811
1,4683	71,187	1,4738	73,405	1,4793	75,587	1,4848	77,735	1,4903	79,850
1,4684	71,228	1,4739	73,445	1,4794	75,626	1,4849	77,774	1,4904	79,888
1,4685	71,268	1,4740	73,485	1,4795	75,666	1,4850	77,812	1,4905	79,926
1,4686	71,309	1,4741	73,524	1,4796	75,705	1,4851	77,851	1,4906	79,964

1,4687	71,349	1,4742	73,564	1,4797	75,744	1,4852	77,890	1,4907	80,002
1,4688	71,390	1,4743	73,604	1,4798	75,784	1,4853	77,928	1,4908	80,040
1,4689	71,431	1,4744	73,644	1,4799	75,823	1,4854	77,967	1,4909	80,078
1,4690	71,471	1,4745	73,684	1,4800	75,862	1,4855	78,006	1,4910	80,116
1,4691	71,512	1,4746	73,724	1,4801	75,901	1,4856	78,045	1,4911	80,154
1,4692	71,552	1,4747	73,764	1,4802	75,941	1,4857	78,083	1,4912	80,192
1,4693	71,593	1,4748	73,804	1,4803	75,980	1,4858	78,122	1,4913	80,231
1,4694	71,633	1,4749	73,844	1,4804	76,019	1,4859	78,160	1,4914	80,269
1,4695	71,674	1,4750	73,884	1,4805	76,058	1,4860	78,199	1,4915	80,307
1,4696	71,714	1,4751	73,924	1,4806	76,098	1,4861	78,238	1,4916	80,345
1,4697	71,755	1,4752	73,963	1,4807	76,137	1,4862	78,276	1,4917	80,383
1,4698	71,795	1,4753	74,003	1,4808	76,176	1,4863	78,315	1,4918	80,421
1,4699	71,836	1,4754	74,043	1,4809	76,215	1,4864	78,353	1,4919	80,459
1,4700	71,876	1,4755	74,083	1,4810	76,254	1,4865	78,392	1,4920	80,497
1,4701	71,917	1,4756	74,123	1,4811	76,294	1,4866	78,431	1,4921	80,534
1,4702	71,957	1,4757	74,162	1,4812	76,333	1,4867	78,469	1,4922	80,572
1,4703	71,998	1,4758	74,202	1,4813	76,372	1,4868	78,508	1,4923	80,610
1,4704	72,038	1,4759	74,242	1,4814	76,411	1,4869	78,546	1,4924	80,648
1,4705	72,078	1,4760	74,282	1,4815	76,450	1,4870	78,585	1,4925	80,686
1,4706	72,119	1,4761	74,321	1,4816	76,489	1,4871	78,623	1,4926	80,724
1,4707	72,159	1,4762	74,361	1,4817	76,528	1,4872	78,662	1,4927	80,762
1,4708	72,199	1,4763	74,401	1,4818	76,567	1,4873	78,700	1,4928	80,800
1,4709	72,240	1,4764	74,441	1,4819	76,607	1,4874	78,739	1,4929	80,838
1,4930	80,876	1,4960	82,007	1,4990	83,128	1,5020	84,240	1,5050	85,343
1,4931	80,913	1,4961	82,044	1,4991	83,165	1,5021	84,277	1,5051	85,379
1,4932	80,951	1,4962	82,082	1,4992	83,202	1,5022	84,314	1,5052	85,416
1,4933	80,989	1,4963	82,119	1,4993	83,240	1,5023	84,351	1,5053	85,452
1,4934	81,027	1,4964	82,157	1,4994	83,277	1,5024	84,388	1,5054	85,489
1,4935	81,065	1,4965	82,194	1,4995	83,314	1,5025	84,424	1,5055	85,525
1,4936	81,103	1,4966	82,232	1,4996	83,351	1,5026	84,461	1,5056	85,562
1,4937	81,140	1,4967	82,269	1,4997	83,388	1,5027	84,498	1,5057	85,598
1,4938	81,178	1,4968	82,307	1,4998	83,425	1,5028	84,535	1,5058	85,635
1,4939	81,216	1,4969	82,344	1,4999	83,463	1,5029	84,572	1,5059	85,672
1,4940	81,254	1,4970	82,381	1,5000	83,500	1,5030	84,609	1,5060	85,708
1,4941	81,291	1,4971	82,419	1,5001	83,537	1,5031	84,645	1,5061	85,744
1,4942	81,329	1,4972	82,456	1,5002	83,574	1,5032	84,682	1,5062	85,781
1,4943	81,367	1,4973	82,494	1,5003	83,611	1,5033	84,719	1,5063	85,817
1,4944	81,405	1,4974	82,531	1,5004	83,648	1,5034	84,756	1,5064	85,854
1,4945	81,442	1,4975	82,569	1,5005	83,685	1,5035	84,792	1,5065	85,890
1,4946	81,480	1,4976	82,606	1,5006	83,722	1,5036	84,829	1,5066	85,927
1,4947	81,518	1,4977	82,643	1,5007	83,759	1,5037	84,866	1,5067	85,963
1,4948	81,555	1,4978	82,681	1,5008	83,796	1,5038	84,903	1,5068	86,000
1,4949	81,593	1,4979	82,718	1,5009	83,833	1,5039	84,939	1,5069	86,036
1,4950	81,631	1,4980	82,755	1,5010	83,870	1,5040	84,976	1,5070	86,072
1,4951	81,668	1,4981	82,793	1,5011	83,907	1,5041	85,013	1,5071	86,109
1,4952	81,706	1,4982	82,830	1,5012	83,944	1,5042	85,049	1,5072	86,145
1,4953	81,744	1,4983	82,867	1,5013	83,981	1,5043	85,086	1,5073	86,182
1,4954	81,781	1,4984	82,905	1,5014	84,018	1,5044	85,123	1,5074	86,218
1,4955	81,819	1,4985	82,942	1,5015	84,055	1,5045	85,159	1,5075	86,254
1,4956	81,856	1,4986	82,979	1,5016	84,092	1,5046	85,196	1,5076	86,291
1,4957	81,894	1,4987	83,016	1,5017	84,129	1,5047	85,233	1,5077	86,327
1,4958	81,932	1,4988	83,054	1,5018	84,166	1,5048	85,269	1,5078	86,363
1,4959	81,969	1,4989	83,091	1,5019	84,203	1,5049	85,306	1,5079	86,399

(¹) Стойностите в тези таблици са изчислени от уравнението, съставено от К. Розенхауер за ICUMSA, програмирано и компютризирано от Франк Дж. Карпънтър от UDSA и публикувано в Sugar J. 33, 15-22 (юни 1970 г.). Индексът на пречупване е измерен при 20°C с 0 линия на Na. Brix (% маса на захарозата) е постигнат чрез измерване при 20°C на въздуха при 760 Torr (mm Hg) налягане и 50 % относителна влажност. Таблицата замества предишната таблица 47.012, 11-то издание, взета от Intern. Sugar J. 39, 22s (1937).

Приложение № 4 към чл. 7

Метод за определяне загубата на маса при сушене

1. Определение: „Загуба на маса при сушене“ е стойността на загубата на маса при сушене, определена чрез метода за определяне загубата на маса при сушене.

2. Предмет и област на приложение: методът определя загубата на маса при сушенето на:

2.1. полубяла захар;

2.2. захар или бяла захар;

2.3. рафинирана бяла захар или екстра бяла захар.

3. Принцип: загубата на маса при сушене се определя чрез сушене при температура 103±2°C.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. аналитични везни с точност до 0,1 mg;

4.2. сушилня с подходяща вентилация и термостатичен контрол, поддържаща температура 103±2°C;

4.3. метално тегловно блюдо с плоско дъно, устойчиво на влиянието на пробите и условията на изпитване, с диаметър най-малко 100 mm и дълбочина не по-малка от 30 mm;

4.4. ексикатор, съдържащ прясно активиран силикагел или еквивалентен сушител, с индикатор за водно съдържание.

5. Начин на работа (Забележка. Действията, описани в т. 5.3 – 5.7, се извършват веднага след отварянето на контейнера с пробата):

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

5.2. блюдото се охлажда в ексикатора (т. 4.4) в продължение най-малко на 30-35 минути, след което се претегля с точност до 0,1 mg;

5.3. в блюдото се претеглят с точност 0,1 mg около 20-30 g от пробата;

5.4. блюдото се оставя за 3 часа в сушилнята (т. 4.2) при температура 103±2°C;

5.5. блюдото се охлажда в ексикатора (т. 4.4) и се претегля с точност до 0,1 mg;

5.6. блюдото се поставя отново в сушилнята при температура 103±2°C за 30 минути; охлажда се в ексикатора (т. 4.4) и се претегля с точност до 0,1 mg; действието се повтаря, когато разликата между двете претегляния е повече от 1 mg; когато има увеличаване на

масата, за изчисленията да се използва най-ниската отчетена стойност;

5.7. общото време за изсушаване да не превишава 4 часа.

6. Изразяване на резултатите:

6.1. формула и метод на изчисление: загубата на маса при сушене като процент от масата на пробата се определя от следната формула:

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

където:

m_0 е първоначалната маса на анализираната част в g;

m_1 – масата в g на анализираната част след сушенето;

6.2. повторяемост: разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при еднакви условия, не трябва да превишава 0,02 g на 100 g проба.

Приложение № 5 към чл. 8

Метод за определяне съдържанието на сулфатна пепел

1. Определение: „Съдържание на сулфатна пепел“ е съдържанието на сулфатна пепел, определено чрез метода за определяне съдържанието на сулфатна пепел.

2. Обхват и област на приложение: по този метод се определя съдържанието на сулфатна пепел във:

2.1. глюкозен сироп;

2.2. дехидратиран глюкозен сироп;

2.3. декстроза монохидрат;

2.4. безводна декстроза.

3. Принцип: остатъчната маса на частта за анализ се определя след изгаряне в окисляваща атмосфера при 525°C в присъствието на сярна киселина и се изчислява като тегловен процент от пробата.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. сярна киселина, разреден разтвор: 100 ml концентрирана сярна киселина (плътност при 20°C = 1,84 g/ml; 96 % w/w) се добавят бавно и внимателно към 300 ml вода, като се разбърква и охлажда;

4.2. електрическа муфелна пещ, оборудвана с пирометър и работеща при температура 525±25°C;

4.3. аналитични везни с точност до 0,1 mg;

4.4. тигел за изгаряне до пепел от платина или кварц с подходящ обем;

4.5. ексикатор, съдържащ прясно активиран силикагел или еквивалентен сушител с индикатор за водно съдържание.

5. Начин на работа: тигелът (т. 4.4) се загрява до температурата на изгаряне, охлажда се в ексикатора и се претегля; с точност до 0,1 mg в тигела се претеглят 5 g глюкозен сироп или дехидратиран глюкозен сироп, или 10 g декстроза монохидрат или безводна декстроза. Добавят се 5 ml от разтвора на сярна киселина (т. 4.1) (виж забележка 1) и внимателно се загрява пробата в тигела над пламък или върху котлон до пълното ѝ карбонизиране. Процесът на карбонизиране, при който се изгарят пари от пробата (виж забележка 2), се извършва във вентилационен шкаф. Тигелът (т. 4.4) се поставя в муфелна пещ (т. 4.2), нагрята до 525±25°C, докато се получи бяла пепел. Това обикновено отнема два часа (виж забележка 3). Пробата се охлажда за около 30 минути в ексикатор (т. 4.5) и след това се претегля.

6. Изразяване на резултатите:

6.1. формула и метод на изчисляване: съдържанието на сулфатна пепел, изразено като тегловен процент от пробата, която се анализира, се изчислява по следната формула:

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

където:

m_1 е масата на пепелта в g;

m_0 – масата на частта от пробата за анализ в g;

6.2. повторяемост: не е допустимо разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, да превишава 2 % от средноаритметичното между тях.

Забележки:

1. Сялната киселина се добавя на малки количества, за да се избегне твърде силното образуване на пяна.

2. По време на първата карбонизация трябва да се вземат всички необходими мерки, за да се предотвратят загуби на проба или пепел чрез прекалено завихряне на пробата.

3. Когато е трудно пробата да се опепели напълно (т.е. остават черни частици), тигелът се изважда от муфелната пещ и остатъкът се навлажнява, след като е охладен, с няколко капки вода, преди отново да бъде върнат в пещта.

Приложение № 6 към чл. 9, ал. 1, т. 1

Метод за определяне на редуциращи захари, изразени като инвертна захар

(метод на Берлинския институт)

1. Определение: „Редуциращи захари, изразени като инвертна захар“ е съдържанието на редуциращи захари, определено чрез метода на Берлинския институт.

2. Предмет и приложение: чрез метода на Берлинския институт се определя съдържанието на редуцираща захар, изразено като инвертна захар в полубляла захар.

3. Принцип: разтворът на пробата, който съдържа редуциращи захари, се използва за редукция на разтвор на меден II комплекс; полученият меден I оксид се окислява със стандартен йоден разтвор, като излишъкът се определя чрез обратно титруване със стандартен разтвор на натриев тиосулфат.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. меден II разтвор (разтвор на Мюлер):

4.1.1. разтварят се 35 g меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) в 400 ml кипяща вода; оставя се да се охлади;

4.1.2. разтварят се 173 g натриево-калиев тетрахидрат (сол на Рошел или сегнетова сол; $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) и 68 g безводен натриев карбонат в 500 ml кипяща вода; оставя се да се охлади;

4.1.3. двата разтвора (т. 4.1.1 и 4.1.2) се прехвърлят в мерителна колба от 1 L и се долива до един литър с вода; добавят се 2 g активен въглен, разтворът се разклаща, оставя се за няколко часа и се филтрира през плътна филтърна хартия или мембранен филтър; при наличие дори на малки количества меден I оксид по време на съхраняване разтворът се филтрира отново;

4.2. разтвор на оцетна киселина 5 mol/L;

4.3. йоден разтвор 0,01665 mol/L (т.е. 0,0333 N, 4,2258 g/L);

4.4. разтвор на натриев тиосулфат 0,0333 mol/L;

4.5. разтвор на нишесте: към един литър кипяща вода се добавя смес от 5 g разтворимо нишесте, суспендирано в 30 ml вода; вари се в продължение на 3 минути, оставя се да се охлади и се добавя, ако е необходимо, 10 mg живачен II йодид като консервант;

4.6. конична колба, 300 ml;

4.7. прецизни бюрети и пипети;

4.8. водна баня, кипяща.

5. Подготовка на пробата за анализ: в конична колба от 300 ml се претегля част от пробата (10 g или по-малко), съдържаща не повече от 30 mg инвертна захар, и се разтваря в около 100 ml вода.

6. Начин на работа:

6.1. пипетира се 10 ml меден II разтвор (т. 4.1) в колбата с разтвора на пробата; смесва се съдържанието на колбата чрез леко разклащане и се поставя в кипящата водна баня (т. 4.8) точно за 10 минути; нивото на разтвора в коничната колба трябва да бъде най-малко 20 mm под нивото на водата във водната баня; колбата се охлажда бързо в струя студена течаща вода; по време на тази операция разтворът не трябва да се разбърква, тъй като атмосферният кислород ще окисли отново известно количество от утаения меден I оксид; с пипета се добавят 5 ml оцетна киселина 5 mol/L (т. 4.2) без разклащане и веднага от бюрета се добавя излишък (между 20 и 40 ml) на йоден разтвор 0,01665 mol/L (т. 4.3); разбърква се, за да се разтвори медната утайка; излишният йод се титрува спрямо разтвор на натриевия тиосулфат 0,033 mol/L (т. 4.4), като за индикатор се използва разтвор на нишесте (т. 4.5); индикаторът се добавя към края на титруването;

6.2. извършва се празен опит с вода; той се провежда с всеки нов меден II разтвор (т. 4.4); нормално титруването не превишава 0,1 ml;

6.3. провежда се контролен опит със захарния разтвор при студени условия; оставя се в покой при стайна температура в продължение на 10 минути, за да се позволи на редуциращите агенти като серен диоксид, чието наличие е вероятно, да реагират.

7. Изразяване на резултатите:

7.1. формула и метод на изчисление: обем на употребения йод = ml 0,01665 mol/L йод, добавен в излишък минус ml 0,0333 mol/L натриев тиосулфат, използван при титруването; обемът (в ml) употребен 0,01665 ml/L йод се коригира чрез изваждане на:

7.1.1. количеството в ml, използвано при празния опит, извършен с вода (т. 6.2);

7.1.2. количеството в ml, използвано при студения опит със захарен разтвор (т. 6.3);

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

След като се направят тези корекции, всеки милилитър от йодния разтвор (т. 4.3), който е реагирал, съответства на 1 mg инвертна захар; съдържанието на инвертна захар като процент от пробата се дава с формулата:

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

където:

V_1 е количеството йоден разтвор (т. 4.3) след корекцията, изразено в ml;

m_0 – масата на използваната проба в g;

7.2. повторяемост: разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, не трябва да превишава 0,02 g на 100 g от пробата.

Приложение № 7 към чл. 9, ал. 1, т. 2

Метод за определяне на редуциращи захари, изразени като инвертна захар

(метод на Найт и Алън)

1. Определение: „Редуциращи захари, изразени като инвертна захар“ е съдържанието на редуциращи захари, определено чрез метода на Найт и Алън.

2. Обхват и област на приложение: по метода на Найт и Алън се определя съдържанието на редуциращи захари, изразено като инвертна захар, във:

2.1. захар или бяла захар;

2.2. рафинирана бяла захар.

3. Принцип: добавя се в излишък меден II реагент към разтвора на пробата, редуцира се и нередуцираната част се титрува обратно с разтвор на EDTA.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. разтвор на етилен диамин тетраоцетна киселина (двунатриева сол) (EDTA) 0,0025 mol/L: разтварят се 0,930 g EDTA във вода и се долива с вода до един литър;

4.2. разтвор на индикатор мурексид: към 50 ml вода се добавят 0,25 g мурексид и се смесва с 20 ml 0,2 g/100 ml воден разтвор на метиленово синьо;

4.3. алкален меден реактив: разтварят се 25 g безводен натриев карбонат и 25 g калиево-натриев тартарат тетрахидрат в около 600 ml вода, съдържаща 40 ml 1,0 mol/L натриев хидроксид; разтварят се 6,0 g меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) в около 100 ml вода и се добавя към тартаратния разтвор; разрежда се до един литър с вода.

Забележка. Разтворът има ограничена трайност (една седмица);

4.4. стандартен разтвор на инвертна захар: разтварят се 23,750 g чиста захароза (т. 4.5) в около 120 ml вода в 250 ml градуирана колба, добавят се 9 ml солна киселина ($\zeta = 1,16$) и се оставя да престои 8 дни при стайна температура; разтворът се долива до 250 ml и се проверява дали е приключила хидролизата чрез поляриметър или захарометър, отчитащи с 200 mm епруветка; показанието трябва да бъде $11,80 \pm 0,05^\circ\text{S}$ (виж т. 7); пипетират се 200 ml от този разтвор в градуирана колба от 2000 ml; разрежда се с вода и при разклащане (за да се избегне прекомерна локална алкалност) се добавят 71,4 ml разтвор на натриев хидроксид (1 mol/L), в който е разтворена 4 g бензоена киселина; долива се до 2000 ml, за да се получи 1 g/100 ml разтвор на инвертна захар; този разтвор трябва да има pH приблизително 3; този стабилен концентриран разтвор се разрежда само непосредствено преди употреба;

4.5. чиста захароза: проба от чиста захароза със съдържание на инвертна захар не повече от 0,001 g/100 g;

4.6. епруветки 150 x 20 mm;

4.7. бяло порцеланово блюдо;

4.8. аналитични везни с точност до 0,1 mg.

5. Начин на работа:

5.1. в епруветка (т. 4.6) се разтварят 5 g от пробата захар в 5 ml студена вода; добавят се 2,0 ml от медния реагент (т. 4.3) и се смесват; епруветката се потапя в кипящата водна баня за 5 минути и след това се охлажда в студена вода;

5.2. разтворът от епруветката се прехвърля в порцелановото блюдо (т. 4.7), като се използва колкото е възможно по-малко вода, добавят се три капки от индикатора (т. 4.2) и се титрува с разтвор на EDTA (т. 4.1); количеството на EDTA в милилитри, използвано за титруване, е V_0 ; точно преди да се достигне еквивалентният пункт, цветът на разтвора се променя от зелен през сив в пурпурен в еквивалентния пункт; пурпурният цвят ще изчезне бавно поради окисляването на медния I оксид до меден II оксид със скорост, зависеща от концентрацията на наличната редуцирана мед; поради това еквивалентният пункт на титруване се достига сравнително бързо;

5.3. построява се калибровъчна графика чрез добавяне на известни количества инвертна захар (като се разрежда по подходящ начин разтворът, т. 4.4) към 5 g чиста захароза (т. 4.5) и такова количество студена вода, че общото добавено количество от разтвора да е 5 ml; отбелязват се на графиката титруваните обеми (в ml) спрямо процента на добавената инвертна захар, добавена към 5-те грама захароза: получената графика е права линия в обхвата 0,001 до 0,019 g/100 g инвертна захар/100 g на проба.

6. Изразяване на резултатите:

6.1. метод на изчисление: по калибровъчната крива се отчита процентът на инвертна захар, съответстващ на стойността V_0 ml EDTA, определена при анализиране на пробата;

6.2. когато се очаква концентрация, по-голяма от 0,017 g инвертна захар/100 g проба в анализираната проба, количеството проба, което се взема съгласно процедурата (т. 5.1), се намалява по подходящ начин, а анализираната проба се допълва до 5 g с чиста захароза (т. 4.5);

6.3. повторяемост: разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, не превишава 0,005 g на 100 g от пробата.

7. *Забележка.* Стойността (виж т. 4.4) се разделя на 2,889, за да се превърне $^\circ\text{S}$ в поляриметрични дъгови градуси (мерителни епруветки от 200 mm; светлинен източник, състоящ се от натриева лампа; инструментът трябва да се инсталира в стая, където температурата се поддържа близо до 20°C).

Приложение № 8 към чл. 9, ал. 1, т. 3

Метод за определяне съдържанието на редуциращи захари, изразени като инвертна захар,

декстрозен еквивалент или D-глюкоза

(метод на Лъф – Скурл)

1. Определение: „Редуциращи захари, изразени като инвертни захари, D-глюкоза или декстрозен еквивалент“ е съдържанието на редуциращи захари, изразено или изчислено като инвертна захар, D-глюкоза или декстрозен еквивалент, определени чрез метода на Лъф – Скурл.

2. Обхват и област на приложение: по метода на Лъф – Скурл се определят:

2.1. съдържанието на редуциращи захари, изразени като инвертна захар, във:

2.1.1. захарен разтвор;

2.1.2. разтвор на бяла захар;

2.1.3. разтвор на инвертна захар;

2.1.4. разтвор на бяла инвертна захар;

2.1.5. сироп на инвертна захар;

2.1.6. сироп на бяла инвертна захар;

2.2. съдържанието на редуциращи захари, изразено и изчислено (на сухо вещество) като декстрозен еквивалент, във:

2.2.1. глюкозен сироп;

2.2.2. дехидратиран глюкозен сироп;

2.3. съдържанието на редуциращи захари, изразено като D-глюкоза, във:

2.3.1. декстроза монохидрат;

2.3.2. безводна декстроза.

3. Принцип: редуциращите захари в пробата (избистрена, ако е необходимо) се нагряват до точката на кипене при стандартизирани условия с меден II разтвор, който частично се редуцира до мед I; след това излишната мед II се определя йодометрично.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. разтвор на Карез I: разтварят се 21,95 g цинков ацетат дихидрат ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (или 24 g цинков ацетат трихидрат ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)) и 3 ml ледена оцетна киселина във вода и се долива до 100 ml с вода;

4.2. разтвор на Карез II: разтварят се 10,6 g калиев хексацианоферат II трихидрат $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ във вода и се долива до 100 ml с вода;

4.3. реактив на Лъф – Скурл: приготвят се следните разтвори:

4.3.1. меден II сулфатен разтвор: разтварят се 25 g несъдържащ желязо меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) в 100 ml вода;

4.3.2. разтвор на лимонена киселина: разтварят се 50 g монохидрат на лимонената киселина ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) в 50 ml вода;

4.3.3. разтвор на натриев карбонат: разтварят се 143,8 g безводен натриев карбонат (Na_2CO_3) в около 300 ml топла вода и се оставя да се охлади;

4.3.4. разтворът на лимонената киселина (т. 4.3.2) се добавя към разтвора на натриевия карбонат (т. 4.3.3) в мерителна колба от един литър, като леко се разклаща; разклаща се, докато отделянето на газове спре, и след това се добавя разтворът на меден II сулфат (т. 4.3.1) и се долива до 1000 ml с вода; разтворът се оставя да престои едно денонощие и след това, ако е необходимо, се филтрира; проверява се моларността на получения реактив по метода, описан в т. 5.1 (Cu 0,1 mol/L; Na_2CO_3 1 mol/L);

4.4. разтвор на натриев тиосулфат, 0,1 mol/L;

4.5. разтвор на нишесте: към един литър кипяща вода се добавя суспензия от 5 g разтворимо нишесте в 30 ml вода; вари се 3 минути, оставя се да се охлади и се добавя, ако е необходимо, 10 mg живачен II йодид като консервант;

4.6. сярна киселина, 3 mol/L;

4.7. разтвор на калиев йодид, 30 % (w/v);

4.8. пемза на парченца, варени в солна киселина, промити напълно от киселината с вода и след това изсушени;

4.9. изопентанол;

4.10. натриев хидроксид, 0,1 mol/L;

4.11. солна киселина, 0,1 mol/L;

4.12. фенолфталинов разтвор, 1 % (w/v) в етанол;

4.13. конична колба с обратен хладник;

4.14. хронометър.

5. Начин на работа:

5.1. стандартизиране на реактива на Лъф – Скурл (т. 4.3):

5.1.1. към 25 ml от реактива на Лъф – Скурл (т. 4.3) се добавят 3 g калиев йодид и 25 ml 3 mol/L сярна киселина (т. 4.6); титрува се с 0,1 mol/L натриев тиосулфат (т. 4.4); като индикатор се използва разтворът на нишесте (т. 4.5), добавен към края на титруването; когато обемът на използвания 0,1 mol/L натриев тиосулфат не е 25 ml, реактивът трябва да се освежи;

5.1.2. пипетират се 10 ml от реактива в мерителна колба от 100 ml и се разрежда до обема с вода; в конична колба се пипетират 10 ml от разрежения реактив в 25 ml 0,1 mol/L солна киселина (т. 4.11) и се загреват в продължение на един час в кипяща водна баня; охлажда се, долива се до първоначалния обем с прясно кипнала вода и се титруват с 0,1 mol/L натриев хидроксид (т. 4.10), като за индикатор се използва фенолфталин (т. 4.12); обемът на използвания 0,1 mol/L натриев хидроксид (т. 4.10) трябва да бъде между 5,5 и 6,5 ml;

5.1.3. титруват се 10 ml от разрежения реактив (т. 5.1.2) с 0,1 mol/L солна киселина (т. 4.11), като за индикатор се използва фенолфталейн (т. 4.12); еквивалентният пункт се характеризира с изчезването на виолетовия цвят; обемът на използваната 0,1 mol/L солна киселина (т. 4.11) нормално варира между 6,0 и 7,5 ml;

5.1.4. pH на реактива на Лъф – Скурл е между 9,3 и 9,4 при 20°C;

5.2. приготвяне на разтвора:

5.2.1. претеглят се 5 g от пробата с точност до 1 mg и се прехвърлят с 250 ml вода в мерителна колба от 250 ml; избистря се, ако е необходимо, като се добавя 5 ml разтвор на Карез I (т. 4.1), последван от 5 ml разтвор на Карез II (т. 4.2); след всяко добавяне се разклаща; долива се до 250 ml с вода; разклаща се добре; ако е необходимо, се филтрира;

5.2.2. разтворът (т. 5.2.1) се разрежда така, че 25 ml от разтвора да съдържат не по-малко от 15 mg и не повече от 60 mg редуциращи захари, изразени като глюкоза;

5.3. титруване по метода Лъф – Скурл: пипетират се 25 ml от реактива на Лъф – Скурл (т. 4.3) в конична колба от 300 ml (т. 4.13); пипетират се 25 ml от захарния разтвор (т. 5.2.2) в коничната колба и се прибавят две парченца пемза (т. 4.8); обратен хладник се поставя на конична колба (т. 4.13) и апаратът веднага се поставя върху азбестова мрежа над бунзенова горелка; горелката има отвор в азбестовата част с диаметър, равен на основата на колбата; течността се нагрява до точката на кипене за около две минути и кипенето продължава бавно в продължение точно на 10 минути; охлажда се незабавно в студена вода и след 5 минути се титрува, както следва: добавят се 10 ml от разтвора на калиевия йодид (т. 4.7), след това незабавно се добавя внимателно (поради отделяне на газове) 25 ml 3 mol/L сярна киселина (т. 4.6); титрува се с 0,1 mol/L разтвор на натриев тиосулфат (т. 4.4), докато разтворът почти се обезцвети, и след това се добавят (като индикатор) няколко милилитра разтвор на нишесте (т. 4.5) – титруването продължава до изчезване на синия цвят; извършва се контролен тест, при което се използват 25 ml вода, която замества 25 ml захарен разтвор (т. 5.2.2).

6. Изразяване на резултатите:

6.1. формула и метод на изчисляване: от таблицата се намира (когато е необходимо, като се интерполира) масата на глюкозата или на инвертираната захар в милиграми, което съответства на разликата между отчитанията на двете титрувания, изразени в ml 0,1 mol/L натриев тиосулфат; резултатът се изразява, превърнат в инвертна захар или D-глюкоза, като процент (w/w) от сухото вещество;

6.2. повторяемост: разликата между резултатите от две титрувания, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, нормално не превишава 0,2 ml.

Забележка. С цел да се намали образуването на пяна, преди подкиселяването със сярна киселина, се добавя малко количество (около 1 ml) изопентанол (т. 4.9).

Таблица на стойностите съгласно реактива на Лъф – Скурл

0,1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Глюкоза, фруктоза, инвертни захари $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	
ml	mg	разлика
1	2,4	
2	4,8	2,4
3	7,2	2,4
4	9,7	2,5
5	12,2	2,5
6	14,7	2,5
7	17,2	2,5
8	19,8	2,6
9	22,4	2,6
10	25,0	2,6
11	27,6	2,6
12	30,3	2,7
13	33,0	2,7
14	35,7	2,7
15	38,5	2,8
16	41,3	2,8
17	44,2	2,9
18	47,1	2,9
19	50,0	2,9
20	53,0	3,0
21	56,0	3,0
22	59,1	3,1
23	62,2	3,1

Метод за определяне съдържанието на редуциращи захари, изразени като инвертна захар

(модификация на метода на постоянния обем на Лейн и Ейнън)

1. Определение: „Редуциращи захари, изразени като инвертна захар“ е съдържанието на редуциращи захари, изразено като инвертна захар, определено чрез модификация на метода на постоянния обем на Лейн и Ейнън.

2. Обхват и област на приложение: по модификация на метода на постоянния обем на Лейн и Ейнън се определя съдържанието на редуциращи захари, изразено като инвертна захар, във:

- 2.1. разтвор на захар;
- 2.2. разтвор на бяла захар;
- 2.3. разтвор на инвертна захар;
- 2.4. разтвор на бяла инвертна захар;
- 2.5. инвертен захарен сироп;
- 2.6. сироп от бяла инвертна захар.

3. Принцип: разтворът на пробата се титрува при точката на кипене спрямо определен обем на разтвор на Фелинг, като се използва метиленово синьо за вътрешен индикатор.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. разтвор на Фелинг:

4.1.1. разтвор А: разтварят се 69,3 g меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) във вода и се долива до 1000 ml;

4.1.2. разтвор Б: разтварят се 346,0 g двоен натриево-калиев тартрат тетрахидрат ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) и 100 g натриев хидроксид във вода и се долива до 1000 ml; бистрият разтвор трябва да се декантира от утайки, които понякога могат да се образуват.

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

4.2. разтвор на натриев хидроксид, 1 mol/L;

4.3. стандартен разтвор на инвертна захар: разтварят се 23,750 g чиста захароза в около 120 ml вода в градуирана колба от 250 ml, добавят се 9 ml солна киселина ($\zeta = 1,16$) и престоява 8 дни при стайна температура; разтворът се долива до 250 ml и се проверява дали е завършила хидролизата с поляриметър или захаромер, отчитащи в епруветка от 200 mm; показанието трябва да бъде $11,80^\circ \pm 0,05^\circ \text{S}$ (виж т. 7); пипетират се 200 ml от този разтвор в градуирана колба от 2000 ml; разрежда се с вода и докато се разклаща (за да се избегне излишна локална алкалност), се добавят 71,4 ml разтвор на натриев хидроксид (1 mol/L) (т. 4.2), в който е разтворена 4 g бензоена киселина; долива се до 2000 ml, за да се получи 1 g/100 ml разтвор на инвертна захар; този разтвор трябва да има pH приблизително 3; този стабилен концентриран разтвор трябва да се разрежда само непосредствено преди употреба; за да се изготви 0,25 g/100 ml разтвор на инвертна захар, градуирана колба от 250 ml се напълва до отметката с изходния инвертен разтвор 1 g/100 ml при 20°C ; съдържанието на тази колба се прехвърля в градуирана колба от 1000 ml и се разрежда до отметката с вода отново при 20°C ;

4.4. разтвор на метиленово синьо, 1 g/100 ml;

4.5. лабораторни колби с тясно гърло за изваряване от 500 ml;

4.6. бюретата от 50 ml с кранче и накрайник, градуирана през 0,05 ml;

4.7. пипети, градуирани от 20, 25 и 50 ml;

4.8. мерителни колби с една отметка от 250, 1000 и 2000 ml;

4.9. подгряващо устройство, подходящо за поддържане на кипене съгласно условията по т. 5.1, което позволява наблюдаването на промяната на цвета в еквивалентния пункт, без да е необходимо да се отстранява кипящата колба (т. 4.5) от източника на топлина;

4.10. хронометър, показващ най-малко в рамките на една секунда.

5. Начин на работа:

5.1. стандартизиране на разтвора на Фелинг:

5.1.1. пипетират се 50 ml от разтвор Б (т. 4.1.2) и след това 50 ml от разтвор А (т. 4.1.1) в чиста суха Бехерова чаша и се смесват добре;

5.1.2. бюретата се изплаква и се напълва с 0,25 % стандартен разтвор на инвертна захар (0,25 g/100 ml) (т. 4.3);

5.1.3. пипетира се 20 ml аликвотна част от смесените разтвори А и Б (т. 5.1.1) в колба за изваряване от 500 ml (т. 4.5); към нея се добавят 15 ml вода; добавят се 39 ml разтвор на инвертна захар от бюретата, малко количество гранули против кипене с енергично отделяне на пара (с подскачане на съда) и съдържанието на колбата се смесва с леко разклащане;

5.1.4. колбата и съдържанието ѝ се нагряват до кипене и се оставя да ври точно две минути; колбата не трябва да се отстранява от източника на топлина по време на останалата част от процедурата, нито да спира кипенето; добавят се три или четири капки разтвор на метиленово синьо (т. 4.4) в края на двеминутното кипене: разтворът трябва да придобие син цвят;

5.1.5. продължава се стандартизирането чрез добавяне на малки порции на стандартния разтвор на инвертна захар от бюретата, първоначално по 0,2 ml, след това по 0,1 ml и накрая на единични капки до достигане на еквивалентния пункт; той се определя, когато синият цвят, придаван от метиленовото синьо, изчезне; тогава разтворът приема червеникав цвят, дължащ се на суспензията на меден I оксид;

5.1.6. еквивалентният пункт трябва да се достигне в края на трите минути от момента, когато разтворът започва да кипи; крайният титър V_0 се получава между 39,0 и 41,0 ml; когато V_0 е извън тези граници, концентрацията на мед в разтвора на Фелинг (т. 4.1.1) се коригира, след което процесът на стандартизиране се повтаря;

5.2. приготвяне на разтвори на пробата: концентрацията на разтвора за изпитване на пробата трябва да бъде такава, че да съдържа между 250 и 400 mg инвертна захар на 100 ml;

5.3. предварителен опит:

5.3.1. целта на извършване на предварителен опит е да се определи количеството вода, което следва да се добави към 20 ml от смесените разтвори А и Б, така че то да е достатъчно, за да се гарантира получаването на краен обем от 75 ml след титруването; извършва се процедурата по т. 5.1.4, с изключение на това, че вместо стандартния разтвор на инвертна захар се използва разтвор на пробата, т.е. 25 ml от разтвора на пробата се добавя в колбата от бюретата; добавят се 15 ml вода, разтворът се оставя да кипи две минути и след това се титрува до достигане на еквивалентния пункт, както е описано в т. 5.1.5;

5.3.2. когато след добавянето на разтвора на метиленово синьо червеникавият цвят е устойчив, използваният разтвор на пробата е твърде концентриран; в този случай опитът не се зачита, а се повтаря, като се използва разтвор с по-ниска концентрация; ако са необходими повече от 50 ml от разтвора на пробата, за да се получи червеникав цвят, трябва да се използва разтвор на пробата с по-висока концентрация; изчислява се количеството вода, което трябва да се добави, като се извадят обемите на смесените разтвори на Фелинг (20 ml) и на разтвора на пробата от 75 ml;

5.4. окончателен анализ на разтвора на пробата:

5.4.1. в колбата за изваряване се пипетират 20 ml от смесения разтвор на Фелинг и количеството вода, определено в т. 5.3;

5.4.2. прибавя се от бюретата наблюдаваният титър на разтвора на пробата (както е определен в т. 5.3), намален с 1 ml; добавят се няколко гранули против кипене с енергично отделяне на пара, съдържанието на колбата се смесва чрез леко разклащане, кипва се и се титрува, както преди това (т. 5.3); еквивалентният пункт нормално се достига една минута след добавянето на разтвора на метиленово синьо; крайният титър = V_1 .

6. Изразяване на резултатите:

6.1. формула и метод на изчисляване: съдържанието на редуциращи захари в пробата, изчислени като инвертна захар, се получава от:

$$\frac{V_0 \times 25 \times f}{C_0 \times V_1};$$

където:

C е концентрацията на разтвора на изпитваната проба в g на 100 ml;

V_0 – обемът в ml на стандартния инвертен разтвор, използван при стандартизационното титруване;

V_1 – обемът в ml на разтвора на изпитваната проба, използван при точния анализ в т. 6.4.2;

f – корекционен коефициент, който отчита концентрацията на захароза в разтвора на изпитваната проба; стойностите са показани в таблицата:

Таблица

Захароза (g в кипяща смес)	Корекционен коефициент f
0	1,000
0,5	0,982
1,0	0,971

Захароза (g в кипяща смес)	Корекционен коефициент f
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

Корекциите за различно съдържание на захароза в разтвора на изпитваната проба може да се изчислят от таблицата чрез интерполация.

Забележка. Приблизителната концентрация на захароза може да се намери чрез изваждане на концентрацията на разтворените твърди вещества, която се дължи на инвертната захар (f е оценен за целите на това изчисление на 1,0), от общата концентрация на разтворени твърди вещества, изразена като захароза, получена от рефракционния индекс, като се приложи методът по приложение № 3;

6.2. **повторяемост:** разликата между резултатите от две определяния, извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, не превишава 1,0 % от тяхното средноаритметично.

7. **Забележка.** Стойността (виж т. 4.3) се разделя на 2,889, за да се превърне °S в поляриметрични дъгови градуси (мерителни епруветки от 200 mm; светлинен източник, състоящ се от натриева лампа; инструментът трябва да се инсталира в стая, където температурата може да се поддържа близо до 20°C).

Приложение № 10 към чл. 9, ал. 1, т. 4

Метод за определяне съдържанието на редуциращи захари, изразено като декстрозен еквивалент (константа на Лейн и Ейнън)

1. Определения:

1.1. „Редуцираща способност“ е съдържанието на редуцираща захар, определено по метода константа на Лейн и Ейнън, изразено като безводна декстро́за (D-глюко́за) и изчислено като тегловен процент от пробата;

1.2. „Декстрозен еквивалент“ е редуциращата способност, изчислена като тегловен процент от сухото вещество в пробата.

2. Обхват и област на приложение: по метода константа на Лейн и Ейнън се определя декстрозен еквивалент на:

2.1. глюкозен сироп;

2.2. дехидратиран глюкозен сироп;

2.3. декстро́за монохидрат;

2.4. безводна декстро́за.

3. Принцип: изпитваният разтвор се титрува при температурата на кипене спрямо специфичен обем от смесен разтвор на Фелинг при точно определени условия, като за вътрешен индикатор се използва метиленово синьо.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. разтвор на Фелинг:

4.1.1. разтвор А: разтворят се 69,3 g меден II сулфат пентахидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) във вода и се долива до обема в мерителна колба от 1000 ml;

4.1.2. разтвор Б: разтворят се 346,0 g двоен натриев калиев тартарат тетрахидрат ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) и 100 g натриев хидроксид във вода; долива се до отметката в мерителна колба от 1000 ml; бистрият разтвор се декантира от утайки, които могат периодично да се образуват.

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

4.1.3. приготвяне на смесен разтвор на Фелинг: пипетират се 50 ml от разтвор Б (т. 4.1.2) и след това 50 ml от разтвор А (т. 4.1.1) в чиста суха Бехерова чаша и се смесват добре.

Забележка. Смесеният разтвор на Фелинг се приготвя и стандартизира всеки ден (т. 5.1);

4.2. безводна декстро́за (D-глюко́за) ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$): това вещество трябва да се изсуши преди използване във вакуумна сушилна при $100 \pm 1^\circ\text{C}$ или по-ниска температура в продължение на 4 часа и вътрешно налягане приблизително 10 kPa (103 mbar);

4.3. стандартен разтвор на декстро́за, 0,600 g/100 ml: претегля се с точност до 0,1 mg 0,6 g безводна декстро́за (т. 4.2), разтваря се във вода, разтворът се прехвърля количествено в мерителна колба от 100 ml (т. 4.8), разрежда се до отметката и се смесва; този разтвор трябва да се приготвя пресен всеки ден;

4.4. разтвор на метиленово синьо, 0,1 g/100 ml: разтворят се 0,1 g метиленово синьо в 100 ml вода;

4.5. лабораторни колби с тясно гърло за изваряване, 250 ml;

4.6. бюрета, 50 ml, с кранче и накрайник, градуирана през 0,05 ml;

4.7. пипети с една отметка, 25 и 50 ml;

4.8. мерителни колби с една отметка, 100 и 500 ml;

4.9. подгриващо устройство, подходящо за поддържане на кипенето съгласно условията, описани в т. 5.1, което позволява наблюдаването на промяната на цвета в еквивалентния пункт, без да е необходимо да се отстранява кипящата колба (т. 4.5) от източника на топлина (виж т. 5.1, забележка 3);

4.10. хронометър, показващ най-малко до най-близката секунда.

5. Начин на работа:

5.1. стандартизиране на разтвора на Фелинг:

5.1.1. пипетират се 25 ml от разтвора на Фелинг (т. 4.1.3) в чиста, суха колба за изваряване;

5.1.2. напълва се бюретата (т. 4.6) със стандартен декстрозен разтвор (т. 4.3) и се коригира менискусът на нулевата отметка;

5.1.3. в колбата за изваряване (т. 4.5) се добавят 18 ml стандартен декстрозен разтвор (т. 4.3) от бюретата; колбата се разклаща, за да се смеси съдържанието;

5.1.4. колбата за изваряване се поставя на подгриващото устройство (т. 4.9), настроено преди това така, че кипенето да започне след 120 ± 15 секунди; подгриващото устройство не трябва повече да се настройва през целия процес на титруване (виж забележка 1);

5.1.5. когато започне кипенето, хронометърът се пуска от нула;

5.1.6. съдържанието на колбата се кипва за 120 секунди, измерени с хронометъра; към края на този период се добавя 1 ml от разтвора на метиленово синьо (т. 4.4);

5.1.7. след като кипенето е продължило 120 секунди (измерени с хронометъра), започва добавянето от бюретата (т. 5.1.2) в кипящата колба (т. 4.5) на стандартния декстрозен разтвор на малки количества от 0,5 ml, докато цветът на метиленовото синьо изчезне (виж забележки 2 и 3); записва се общото количество на добавения стандартен декстрозен разтвор, включително предпоследното добавено количество от 0,5 ml (X ml);

5.1.8. повтарят се т. 5.1.1 и 5.1.2;

5.1.9. прелива се в кипящата колба (т. 4.5) от бюретата обем стандартен декстрозен разтвор, равен на $(X - 0,3)$ ml;

5.1.10. повтарят се т. 5.1.4, 5.1.5 и 5.1.6;

5.1.11. след като кипенето е продължило 120 секунди (измерени с хронометъра), започва да се добавя в кипящата колба (т. 4.5) стандартен декстрозен разтвор от бюретата, първоначално на малки количества от 0,2 ml и накрая на капки, докато цветът на метиленовото синьо изчезне; към края на това действие времето между две последователни добавяния на стандартен декстрозен разтвор трябва да бъде от 10 до 15 секунди; тези добавяния трябва да завършат в рамките на 60 секунди, което прави общо време на кипене, не по-продължително от 180 секунди; за да се постигне това, може да е необходимо трето титруване с малко по-голямо и подходящо коригирано първоначално добавяне на стандартен декстрозен разтвор (т. 5.1.9);

5.1.12. записва се обемът (V_0 ml) на стандартния декстрозен разтвор, използван до еквивалентния пункт на крайното титруване (виж забележка 4);

5.1.13. V_0 трябва да е между 19,0 и 21,0 ml от стандартния декстрозен разтвор (т. 4.3); ако V_0 е извън тези граници, по подходящ начин се коригира концентрацията на разтвора А на Фелинг (т. 4.1.1) и се повтаря процесът на стандартизиране;

5.1.14. тъй като стойността на V_0 е известна с точност, при всекидневното стандартизиране на смесения разтвор на Фелинг е необходимо само едно титруване, като се използва първоначално добавяне на ($V_0 - 0,5$) ml стандартен декстрозен разтвор.

Забележки:

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

2. Изчезването на цвета на метиленовото синьо най-добре се вижда чрез наблюдаване на горните слоеве и менисуса на съдържимото в колбата за титруване, тъй като те ще са относително свободни от утаен червен меден I оксид. Изчезването на цвета се вижда по-добре на пряка светлина. Полезно е да се постави бял екран зад колбата за титруване.

3. По време на определянето бюретата трябва да бъде изолирана колкото е възможно по-добре от източника на топлина.

4. Тъй като винаги трябва да се отчита субективният фактор, всеки оператор трябва да осъществява свое стандартизационно титруване и да използва своя стойност на V_0 при изчисленията (т. 6.1);

5.2. предварително изпитване на приготвената проба:

5.2.1. с изключение на случаите, когато редуциращата способност (т. 1.1) на приготвената проба е приблизително известна, е необходимо предварително изпитване, за да се намери приблизителната ѝ стойност, което позволява да бъде изчислена масата на частта за изпитване (т. 5.3); изпитването се провежда по следния начин:

5.2.2. приготвя се 2 % w/v разтвор на пробата, „Z“ има приблизително изчислена стойност;

5.2.3. както по т. 5.1.2, като се използва разтворът на пробата (т. 5.2.2) вместо стандартен декстрозен разтвор;

5.2.4. както по т. 5.1.1;

5.2.5. както по т. 5.1.3, като се използват 10,0 ml от разтвора на пробата вместо 18,0 ml стандартен декстрозен разтвор;

5.2.6. както по т. 5.1.4;

5.2.7. нагрява се съдържанието на колбата до кипене; добавя се 1 ml разтвор на метиленово синьо (т. 4.4);

5.2.8. веднага след започване на кипенето се включва хронометърът (т. 4.10) от нулата и се започва добавянето в колбата на разтвора на пробата от бюретата на малки количества от по 1,0 ml на интервали от приблизително 10 секунди до изчезването на синия цвят на метиленовото синьо; записва се общият обем на добавения разтвор на пробата, включително до предпоследното добавяне (Y ml);

5.2.9. „Y“ не превишава 50 ml; когато стойността бъде надвишена, следва да се увеличи концентрацията на разтвора в пробата, след което титруването се повтаря;

5.2.10. приблизителната редуцираща способност на приготвената проба като тегловен процент се изчислява чрез:

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

5.3. част за анализиране: претегля се с точност до 0,1 mg част от приготвената проба (mg), която съдържа между 2,85 и 3,15 g редуциращи захари, изразени като безводна декстроza (D-глюкоза), като в изчислението се използва или приблизителното число за редуциращата способност (т. 1.1), или приблизителното число, получено по т. 5.2.10;

5.4. разтвор за анализ: разтваря се частта за анализ във вода и се долива до 500 ml в мерителна колба;

5.5. определяне:

5.5.1. както по т. 5.1.1;

5.5.2. напълва се бюретата (т. 4.6) с разтвора за анализ (т. 5.4) и се коригира менисусът до нулевата отметка;

5.5.3. от бюретата в кипящата колба се добавят 18,5 ml разтвор за анализ; колбата се разклаща, за да се смеси съдържанието;

5.5.4. както по т. 5.1.4;

5.5.5. както по т. 5.1.5;

5.5.6. както по т. 5.1.6;

5.5.7. както по т. 5.1.7, като се използва разтворът за анализ вместо стандартен декстрозен разтвор;

5.5.8. както по т. 5.1.8;

5.5.9. както по т. 5.1.9, като се използва разтворът за анализ вместо стандартен декстрозен разтвор;

5.5.10. както по т. 5.1.10;

5.5.11. както по т. 5.1.11, като се използва разтворът за анализ вместо стандартен декстрозен разтвор;

5.5.12. записва се обемът (V_1) на разтвора за анализ, използван до еквивалентния пункт на крайното титруване;

5.5.13. V_1 трябва да е между 19,0 и 21,0 ml; ако V_1 е извън тези граници, концентрацията на разтвора за изпитване се коригира по подходящ начин и се повтарят т. 5.5.1 – 5.5.12;

5.5.14. извършват се две определяния на същия разтвор за анализ;

5.6. съдържание на сухо вещество: определя се съдържанието на сухо вещество на приготвената проба по метода по приложение № 2.

6. Изразяване на резултатите:

6.1. формули и метод на изчисление:

6.1.1. редуцираща способност: редуциращата способност, изчислена като тегловен процент от приготвената проба, се описва чрез:

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

където:

V_0 е обемът в ml на стандартен декстрозен разтвор (т. 4.3), използван при стандартизационното титруване (т. 5.1);

V_1 – обемът в ml на разтвора за анализ (т. 5.4), използван при определящото титруване (т. 5.5);

M – масата в грамове на частта за анализ (т. 5.3), използвана за приготвянето на 500 ml разтвор за анализ;

6.1.2. декстрозен еквивалент: декстрозният еквивалент, изчислен като тегловен процент на сухо вещество в приготвената проба, се изчислява с формулата:

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

където:

RP е редуциращата способност, изчислена като тегловен процент от приготвената проба (т. 6.1.1);

D – съдържанието на сухо вещество в приготвената проба като тегловен процент;

6.1.3. като резултат се взема средноаритметичното на двете определяния, при условие че изискването относно повторваемост (т. 6.2) е изпълнено;

6.2. повторваемост: разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, не трябва да превишава 1,0 % от тяхното средноаритметично.

Приложение № 11 към чл. 10

Метод за определяне на поляризация

1. Определение: „Поляризация“ е въртене на равнината на поляризираната светлина от захарен разтвор, получен от 26 g захар в 100 ml, поставен в епруетка с дължина 200 mm.

2. Обхват и област на приложение: по метода за определяне на поляризация се определя поляризацията на:

2.1. полубяла захар;

2.2. захар или бяла захар;

2.3. рафинирана бяла захар или екстра бяла захар.

3. Принцип: поляризацията се определя чрез използване на захаромер или поляриметър съгласно условията, описани в този метод.

4. Реактиви и апаратура:

4.1. избистрящ реактив: разтвор на основен оловен ацетат; добавят се 560 g сух основен оловен ацетат към около 1000 ml прясно кипнала вода; сместа се кипва за около 30 минути и след това се оставя в покой едно денонощие; течността се декантира и се разрежда с прясно кипнала вода, за да се получи разтвор с плътност 1,25 g/ml при 20°C; този разтвор следва да се пази от контакт с въздух;

4.2. диетилов етер;

4.3. захаромер, градуиран за нормално тегло от 26 g захароза, или поляриметър; този инструмент трябва да се инсталира в стая, където температурата може да се поддържа близо до 20°C; инструментът се калибрира с помощта на стандартни кварцови плочи;

4.4. източник на светлина, състоящ се от натриева лампа;

4.5. прецизни полярометрични епруветки с дължина 200 mm; грешката не трябва да превишава $\pm 0,02$ mm;

4.6. аналитични везни с точност до 0,1 mg;

4.7. индивидуално калибрирани мерителни колби със запушалки от 100 ml; колби с действителен обем в обхвата $100,00 \pm 0,01$ ml могат да бъдат използвани без корекции; колби с обем извън тези граници трябва да се използват с подходяща корекция, за да се коригира обемът до 100 ml;

4.8. водна баня с постоянно поддържана температура $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$.

5. Начин на работа:

5.1. приготвяне на разтвора: претеглят се колкото е възможно по-бързо $26 \pm 0,002$ g от пробата и се прехвърлят количествено в мерителна колба от 100 ml (т. 4.7) с приблизително 60 ml вода; разтваря се чрез разклащане, но без загряване; когато е необходимо избистряне, се добавя 0,5 ml оловен ацетат (т. 4.1); разтворът се смесва чрез въртене на колбата и изплакване на стените на колбата, докато обемът е такъв, че менискусът е около 10 mm под калибриращата отметка; колбата се поставя във водната баня с постоянно поддържана температура $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$, докато температурата на захарния разтвор достигне постоянна стойност; образувани мехури на повърхността на течността се отстраняват с капка диетилов етер (т. 4.2); долива се до обема с вода; запушва се и се разбърква старателно чрез обръщане на колбата поне три пъти; оставя се в покой в продължение на 5 минути;

5.2. поляризация: при всички следващи операции се поддържа температура $20 \pm 1^\circ\text{C}$:

5.2.1. апаратът се нулира;

5.2.2. пробата се филтрира през филтърна хартия; изхвърлят се първите 10 ml от филтрат; събират се следващите 50 ml от филтрат;

5.2.3. поляриметричната епруветка двукратно се промива с разтвора на пробата, която ще се изследва (т. 5.2.2);

5.2.4. при $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$ епруветката внимателно се напълва с разтвора, който ще се изследва; отстраняват се всички въздушни мехури при постепенното преминаване на крайната плоча на място; напълнената епруветка се поставя в гнездото на инструмента;

5.2.5. отчита се ротацията в границите на $0,05^\circ\text{S}$ или $0,02$ ъглови градуси; повтаря се още четири пъти; взема се средноаритметичното на петте отчитания.

6. Изразяване на резултатите:

6.1. формула и метод на изчисляване: резултатите се изразяват в градуси S до най-близкия $0,1^\circ\text{S}$; за превръщане на ъгловите градуси в градуси S се използва следната формула:

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

6.2. повтораемост: разликата между резултатите от две определяния, когато са извършени едновременно или в бърза последователност върху същата проба от един аналитик при същите условия, и всяко представляващо средноаритметичното на 5 отчитания не трябва да превишава $0,1^\circ\text{S}$.