

Μέρος 7

**Μέθοδος προσδιορισμός των αναγόντων σακχάρων εκφρασμένων
σε ιμβερτοσάκχαρο
(Μέθοδος του Ινστιτούτου του Βερολίνου)**

- | | |
|---|--|
| Πεδίο εφαρμογής. | 1. Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό των αναγόντων σακχάρων εκφρασμένων σε ιμβερτοσάκχαρο στην ημίλευκη ζάχαρη. |
| Ορισμός. | 2. Τα ανάγοντα σάκχαρα, εκφρασμένα σε ιμβερτοσάκχαρο, προσδιορίζονται με τη μέθοδο που περιγράφεται στο παρόν Μέρος. |
| Αρχή. | 3. Αναγωγή ενός διαλύματος χαλκού (II) με ένα διάλυμα αναγόντων σακχάρων. Το οξείδιο του χαλκού (I) που σχηματίζεται οξειδώνεται με διάλυμα ιωδίου του οποίου η περίσσεια προσδιορίζεται με επανογκομέτρηση με τιτλοδοτημένο διάλυμα θειοθειϊκού νατρίου |
| Αντιδραστήρια. | 4. Τα αντιδραστήρια που χρειάζονται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι τα εξής: |
| 4.1. Διάλυμα χαλκού II (Διάλυμα Müller) το οποίο κατασκευάζεται ως ακολούθως: | |
| 4.1.1. Διαλύονται 35 g θειίκού χαλκού (II) με πέντε μόρια νερού ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) σε 400 ml νερό που βράζει. Το προκύπτων διάλυμα ψύχεται. | |
| 4.1.2. Διαλύονται 173 g τρυγικού καλιονατρίου με τέσσερα μόρια νερό (άλας του Rochelle ή του Seignette | |

($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)) και 68 g άνυδρου ανθρακικού νατρίου σε 500 ml νερό που βράζει. Το προκύπτον διάλυμα ψύχεται.

- 4.1.3. Τα δύο διαλύματα (βλέπε υπο-υποπαραγράφους 4.1.1. και 4.1.2.) αναμειγνύονται σε ογκομετρική φιάλη 1 λίτρου και συμπληρώνονται με νερό μέχρις ότου ο όγκος να φτάσει τα 1 000 ml.

Προστίθενται 2 g ενεργού άνθρακα, αναδεύονται, αφήνονται να ηρεμήσουν για πολλές ώρες και διηθούνται από εσκληρυμένο διηθητικό χαρτί ή διηθητική μεμβράνη.

Εάν κατά τη διάρκεια της παραμονής εμφανιστούν μικρές ποσότητες οξειδίου του χαλκού (I), το διάλυμα πρέπει να διηθηθεί και πάλι.

4.2. Διάλυμα οξικού οξέος 5 mol/l.

Διάλυμα ιωδίου 0,01665 mol/l.

Διάλυμα θειοθειϊκού νατρίου 0,0333 mol/l.

Διάλυμα αμύλου, το οποίο κατασκευάζεται με την ακόλουθη διαδικασία:

Μείγμα 5 g διαλυτού αμύλου με 30 ml νερό προστίθεται σε 1 λίτρο νερού που βράζει και ο βρασμός συνεχίζεται για τρία λεπτά.

Το προκύπτον διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί.

Προστίθενται ενδεχομένως 10 mg ιωδιούχου υδραργύρου (II) ως συντηρητικό.

Εξοπλισμός. 5. Ο εξοπλισμός που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι ο εξής:

5.1. Κωνική φιάλη 300 ml, σιφώνια και προχοΐδες ακριβείας.

5.2. Ζέον υδρόλουτρο.

Τρόπος εργασίας. 6. Η διαδικασία εργασίας είναι η ακόλουθη:

6.1. Σε κωνική φιάλη 300 ml μεταφέρεται μια ποσότητα δείγματος (10 g ή λιγότερο) που δεν περιέχει περισσότερο από 30 mg ιμβερτοσάκχαρου και διαλύεται σε 100 ml περίπου νερό.

Προστίθενται με σιφώνιο 10 ml διαλύματος χαλκού (II) (βλέπε υποταράγμαφο 4.1.).

Αναδεύονται και το φιαλίδιο τοποθετείται μέσα στο ζέον υδρόλουτρο και κρατείται εκεί για 10 λεπτά ακριβώς.

Το επίπεδο του διαλύματος στην κωνική φιάλη πρέπει να είναι τουλάχιστον 20 mm κάτω από την επιφάνεια του νερού του υδρόλουτρου.

Ψύχεται ταχέως σε ρεύμα κρύου νερού.

Κατά τη διάρκεια της εργασίας αυτής, το διάλυμα δεν πρέπει να αναδεύεται για να αποφευχθεί η επαναδιάλυση, λόγω οξειδώσεως από το οξυγόνο του αέρα, μέρους του ιζήματος του οξειδίου του χαλκού (I).

Στο ψυχθέν διάλυμα προστίθενται 5 ml οξικού οξέος 5 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) χωρίς ανάδευση, και αμέσως μετά, με τη βοήθεια προχοΐδας, περίσσεια (μεταξύ 20 και 40 ml), του διαλύματος ιωδίου 0,01665 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.).

Το διάλυμα αναδεύεται για να διαλυθεί το ίζημα του χαλκού.

Το ιώδιο που βρίσκεται σε περίσσεια ογκομετρείται με το διάλυμα θειοθείκού νατρίου 0,0333 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.4.) παρουσία διαλύματος αμύλου (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.) το οποίο προστίθεται προς το τέλος της ογκομετρήσεως.

- 6.2. Προηγουμένως γίνεται λευκό πείραμα με νερό το οποίο πρέπει να γίνεται για κάθε διάλυμα χαλκού (II) (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και ο αριθμός που προκύπτει δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,1.
- 6.3. Γίνεται δοκιμή εν ψυχρώ με το ζαχαρούχο διάλυμα αφήνοντας το να ηρεμήσει σε θερμοκρασία περιβάλλοντος επί δέκα λεπτά για να επιτραπεί σε τυχόν παρευρισκόμενα αναγωγικά σώματα όπως το διοξείδιο του θείου να αντιδράσουν.

Έκφραση των αποτελεσμάτων.

7. Τα αποτελέσματα εκφράζονται ως ακολούθως:

7.1. Τύπος και υπολογισμός των αποτελεσμάτων:

Ο όγκος του διαλύματος ιωδίου που χορηγείται είναι ο αριθμός των ml του διαλύματος ιωδίου 0,01665 mol/l που προστίθενται σε περίσσεια μείον τον αριθμό των ml του διαλύματος θειοθείκού νατρίου 0,0333 mol/l που χρησιμοποιούνται για την ογκομέτρηση.

Ο προσαναφερόμενος όγκος διορθώνεται με την αφαίρεση:

- (α) Του αριθμού των ml που χρησιμοποιούνται στο λευκό πείραμα που γίνεται με το νερό.
- (β) του αριθμού των ml που χρησιμοποιούνται στη δοκιμή εν ψυχρώ με το ζαχαρούχο διάλυμα.
- (γ) 2 ml προκειμένου να ληφθεί υπόψη η αναγωγική δράση 10 g σακχαρόζης ή μία κατ' αναλογία ποσότητα εάν το δοκίμιο είναι κάτω των 10 g (διόρθωση για τη σακχαρόζη).

Αφού πραγματοποιηθούν οι πιο πάνω διορθώσεις, 1 ml καταναλωθέντος διαλύματος ιωδίου αντιστοιχεί σε 1 mg ιμβερτοσάκχαρου.

Η περιεκτικότητα επί τοις εκατό του δείγματος δίνεται από τον ακόλουθο τύπο:

$$\frac{v_1}{10 \times m_0}$$

όπου:

v_1 = αριθμός των ml του διαλύματος ιωδίου 0,01665 mol/l μετά τη διόρθωση

m_0 = μάζα του δοκιμίου σε γραμμάρια.

7.2. Επαναληψιμότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα ή με άμεση διαδοχή, υπό τις ίδιες συνθήκες, από τον ίδιο

αναλυτή και στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,02 g για 100 g δείγματος.

Μέρος 8

**Προσδιορισμός αναγόντων σακχάρων εκφρασμένων
σε ιμβερτοσάκχαρο
(Μέθοδος των Knight και Allen)**

- | | |
|---------------------|---|
| Πεδίο εφαρμογής. | 1. Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό των αναγόντων σακχάρων ζάχαρης ή λευκής ζάχαρης ή υπέρλευκης ζάχαρης. |
| Ορισμός. | 2. Τα ανάγοντα σάκχαρα, εκφρασμένα σε ιμβερτοσάκχαρο, προσδιορίζονται με τη μέθοδο που περιγράφεται στο παρόν Μέρος. |
| Αρχή. | 3. Αντιδραστήριο με χαλκό (II) προστίθεται σε περίσσεια στο διάλυμα για την ανάλυση με αποτέλεσμα την αναγωγή του χαλκού. Η ποσότητα που δεν ανάγεται επανογκομετρείται με τη βοήθεια διαλύματος EDTA. |
| Αντιδραστήρια. | 4. Τα αντιδραστήρια που χρειάζονται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι τα εξής: 4.1. Διάλυμα αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος (δινάτριο άλας) (EDTA), 0,0025 mol/l, το οποίο παρασκευάζεται διαλύοντας 0,930 EDTA σε νερό και συμπληρώνοντας με νερό μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 1 000 ml. 4.2. Διάλυμα δείκτη μουρεξίδιου, το οποίο παρασκευάζεται προσθέτοντας 0,25 g μουρεξίδιο σε 50 ml νερό και αναμειγνύοντας με 20 ml υδατικού διαλύματος κυανού του μεθυλενίου, περιεκτικότητας 0,2 g / 100 ml. |

4.3. Αλκαλικό αντιδραστήριο με χαλκό το οποίο παρακευάζεται ως ακολούθως:

25 g άνυδρου ανθρακικού νατρίου και 25 g τρυγικού καλιονατρίου με τέσσερα νερά, διαλύονται σε 600 ml περίπου νερό, το οποίο περιέχει 40 ml υδροξειδίου του νάτριου 1mol/l.

Διαλύονται 6 g θειϊκού χαλκού (II) με πέντε μέρη νερού σε 100 ml περίπου νερό και προστίθενται στο διάλυμα των τρυγικών.

Το όλο συμπληρούται με νερό μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 1 000 ml.

Σημείωση: Το διάλυμα αυτό έχει περιορισμένη χρονική διάρκεια διατηρήσεως (μία εβδομάδα).

4.4. Πρότυπο διάλυμα ιμβερτοσάκχαρου το οποίο παρασκευάζεται ως ακολούθως:

Σε ογκομετρική φιάλη 250 ml διαλύονται 23,75 g καθαρής σακχαρόζης (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.) σε περίπου 120 ml νερό.

Προστίθενται 9 ml υδροχλωρικού οξέος (ρ-1,16) και αφήνονται σε ηρεμία σε θερμοκρασία περιβάλλοντος για οκτώ ημέρες.

Το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 250 ml και ελέγχεται εάν έγινε η υδρόλυση με ανάγνωση στο σακχαρόμετρο, μέσα σε σωλήνα 200 mm.

Θα πρέπει να ληφθεί μία τιμή $11,80 \pm 0,05^{\circ}\text{S}$ (βλέπε παράγραφο 8).

Με τη βοήθεια σιφωνίου, μεταφέρονται 200 ml διαλύματος σε ογκομετρική φιάλη των 2 000 ml.

Αραιώνονται με νερό και αναδεύονται συνεχώς για να αποφευχθεί ενδεχόμενη τοπική υπερβολική αλκαλικότητα.

Προστίθενται 71,4 ml υδροξειδίου του νατρίου 1 mol/l περιέχοντα 4 g βενζοϊκού οξέος (βλέπε παράγραφο 8).

Το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 1 000 ml προκειμένου να ληφθεί διάλυμα με περιεκτικότητα 1 g/100 ml ιμβερτοσάκχαρου.

Το διάλυμα πρέπει να έχει pH περίπου 3.

Είναι πυκνό και σταθερό διάλυμα και πρέπει να αραιώνεται μόλις πριν χρησιμοποιηθεί.

4.5. Καθαρή σακχαρόζη η οποία είναι δείγμα καθαρής σακχαρόζης με περιεκτικότητα σε ιμβερτοσάκχαρο κάτω του 0,001 g/100 ml.

Εξοπλισμός 5. Ο εξοπλισμός που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι ο εξής:

5.1. Δοκιμαστικός σωλήνας 150 x 20 mm.

5.2. Κάψα από άσπρη πορσελάνη.

5.3. Αναλυτικός ζυγός ακρίβειας 0,1 mg.

Τρόπος
Εργασίας.

6. Η διαδικασία εργασίας είναι η ακόλουθη:
- 6.1. Διαλύονται σε δοκιμαστικό σωλήνα (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) 5 g της προς ανάλυση ζάχαρης σε 5 ml νερό, προστίθενται 2 ml αντιδραστηρίου με χαλκό (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.) και αναμειγνύονται.

Ο σωλήνας βυθίζεται μέσα σε ζέον υδρόλουτρο για πέντε λεπτά και στη συνέχεια ψύχεται με κρύο νερό.

- 6.2. Το διάλυμα μεταφέρεται ποσοτικά σε μια κάψα εξατμίσεως (βλέπε υποπαράγραφο 5.2.), εκπλένοντας το δοκιμαστικό σωλήνα με μερικά ml νερό.

Προστίθενται 3 σταγόνες δείκτη (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) και το διάλυμα ογκομετρείται με τη βοήθεια διαλύματος EDTA (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.). Έστω ν^o ο αριθμός των ml EDTA που χρησιμοποιήθηκαν για την ογκομέτρηση.

Το διάλυμα αλλάζει χρώμα από πράσινο σε γκρι πτριν από το τελικό σημείο και προς το πορφυρούν στο τελικό σημείο.

Το πορφυρό χρώμα εξαφανίζεται αργά εξ αιτίας της οξειδώσεως του οξειδίου του χαλκού (I) σε οξείδιο του χαλκού (II) με ταχύτητα που εξαρτάται από τη συγκέντρωση του υπάγοντος ανηγμένου χαλκού, υποδεικνύοντας ότι το τελικό σημείο της ογκομέτρησης προσεγγίζεται ταχέως.

- 6.3. Χαράσσεται μια καμπύλη αναφοράς με προσθήκη γνωστών ποσοτήτων ιμβερτοσάκχαρου (ως πρότυπο διάλυμα ιμβερτοσάκχαρου - βλέπε υποπαράγραφο 4.4. - κατάλληλα

αραιωμένο) σε 5g σακχαρόζης (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.) και προστίθεται αρκετό ψυχρό νερό ούτως ώστε να προστεθούν στο διάλυμα 5 ml διαλύματος.

Σημειώνονται οι τιμές της ογκομέτρησης (σε ml) ανάλογα με το επί τοις εκατό ποσοστό ιμβερτοσάκχαρου προστεθέντος στα 5 g σακχαρόζης.

Η καμπύλη που προκύπτει παρουσιάζει μια ευθεία γραμμή που αντιστοιχεί σε 0,001 - 0,019 g ιμβερτοσάκχαρου , για 100 g δείγματος.

Έκφραση των αποτελεσμάτων

7. Τα αποτελέσματα εκφράζονται ως ακολούθως:

7.1. Υπολογισμός των αποτελεσμάτων:

Το επί τοις εκατό ποσοστό ιμβερτοσάκχαρου υπολογίζεται από την καμπύλη αναφοράς και αντιστοιχεί στην τιμή νο ml EDTA που καταναλώθηκαν κατά την ανάλυση του δείγματος.

7.2. Για συγκεντρώσεις ιμβερτοσάκχαρου μεγαλύτερες από 0,017g/100g στο προς ανάλυση δείγμα, η ποσότητα του χρησιμοποιουμένου δείγματος κατά την εφαρμογή του τρόπου εργασίας (βλέπε υποπαράγραφο 6.1.) πρέπει να ελαττώνεται κατάλληλα. Εν τούτοις το προς ανάλυση δείγμα συμπληρώνεται μέχρι τα 5 g με καθαρή σακχαρόζη (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.).

7.3. Επαναληψιμότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα ή με

άμεση διαδοχή, υπό τις ίδιες συνθήκες, από τον ίδιο αναλυτή και στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,005 g ανά 100 g δείγματος.

- Παρατήρηση. 8. Για τη μετατροπή σε μοίρες διαιρούμε δια του 2,889 (σωλήνας ακρίβειας 200 mm φωτεινή πηγή αποτελούμενη από μία λυχνία ατμών νατρίου θερμοκρασία του χώρου όπου βρίσκεται η συσκευή γύρω στους 20°C).

Μέρος 9

Μέθοδος προσδιορισμού των αναγόντων σακχάρων εκφρασμένων σε ιμβερτοσάκχαρο ή σε D-γλυκόζη (Μέθοδος Luff – Schoorl)

- Πεδίο εφαρμογής. 1.-(1) Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό των αναγόντων σακχάρων, εκφρασμένων σε ιμβερτοσάκχαρο, διαλύματος ζάχαρης, διαλύματος λευκής ζάχαρης, διαλύματος ιμβερτοποιημένης ζάχαρης, διαλύματος ιμβερτοποιημένης λευκής ζάχαρης, σιροπιού ιμβερτοποιημένης ζάχαρης και σιροπιού λευκής ιμβερτοποιημένης ζάχαρης.
- (2) Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό της D-γλυκόζης η οποία, ανηγμένη στη ξηρά ουσία, αντιπροσωπεύει το ισοδύναμο σε δεξτρόζη σιροπιού γλυκόζης ή αφυδατωμένου σιροπιού γλυκόζης.
- (3) Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό της δεξτρόζης (D-γλυκόζης) ένυδρης δεξτρόζης ή άνυδρης δεξτρόζης.
- Ορισμός. 2. Για τους σκοπούς του παρόντος Μέρους, ισχύει ο πιο κάτω ορισμός:

«ανάγοντα σάκχαρα εκφρασμένα σε ιμβερτοσάκχαρο, Δ-γλυκόζη ή ισοδύναμο δεξτρόζης» σημαίνει περιεκτικότητα σε ανάγοντα σάκχαρα εκφρασμένη σε ιμβερτοσάκχαρο, Δ-γλυκόζη ή ισοδύναμο δεξτρόζης και προσδιοριζόμενη με την μέθοδο που περιγράφεται στο παρόν Μέρος.

Αρχή:

3. Το διάλυμα, διαυγασμένο εάν χρειάζεται, στο οποίο βρίσκονται τα ανάγοντα σάκχαρα φέρεται σε βρασμό κάτω από καθορισμένες συνθήκες, παρουσία διαλύματος χαλκού (II). Το τελευταίο αυτό διάλυμα ανάγεται μερικώς σε χαλκό (I). Η περίσσεια του χαλκού (II) προσδιορίζεται ιωδιομετρικώς.

Αντιδραστήρια:

4. Τα αντιδραστήρια που χρειάζονται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι τα εξής:

4.1. Διάλυμα Carrez I το οποίο κατασκευάζεται διαλύοντας σε νερό 21,95 g οξικού ψευδαργύρου με δύο μόρια νερού ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$) και 3 ml glacial οξικό οξύ και συμπληρώνοντας μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 100 ml με νερό.

4.2. Διάλυμα Carrez II το οποίο κατασκευάζεται διαλύοντας σε νερό 10,6 g σιδηροκυανιούχου καλίου με τρία μόρια νερού ($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$) και συμπληρώνοντας με νερό μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 100 ml.

4.3. Αντιδραστήριο κατά Luff-Schoorl το οποίο παρασκευάζεται ως ακολούθως: παρασκευάζονται τα ακόλουθα διαλύματα.

4.3.1. Διάλυμα θειϊκού χαλκού (II) παρασκευάζεται διαλύοντας 25 g θειϊκού χαλκού (II) με πέντε μόρια νερού ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) απηλλαγμένα σιδήρου, σε 100 ml νερό.

- 4.3.2. Διάλυμα κιτρικού οξέος παρασκευάζεται διαλύοντας 50 g μονο-ένυδρου κιτρικού οξέος, ($C_6HgO_7 \cdot H_2O$), σε 50 g νερό.
- 4.3.3. Διάλυμα ανθρακικού νατρίου παρασκευάζεται διαλύοντας σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου 143,8 g άνυδρου ανθρακικού νατρίου σε περίπου 300 ml θερμό νερό και αφήνοντας το να ψυχθεί.
- 4.3.4. Το διάλυμα του κιτρικού οξέος (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.3.2.) αποχέεται, αναδεύοντας συνεχώς με προσοχή μέσα σε διάλυμα ανθρακικού νατρίου (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.3.3.) μέχρι να παύσουν να εκλύονται αέρια.

Προστίθεται στη συνέχεια το διάλυμα του θειϊκού χαλκού (II) (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.3.1.) και συμπληρώνεται με νερό μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 1 000 ml.

Το διάλυμα που προκύπτει αφήνεται σε ηρεμία για μία νύχτα και εάν είναι αναγκαίο διηθείται.

Ο τίτλος του προκύπτοντος αντιδραστηρίου ελέγχεται σύμφωνα με την υποπαράγραφο 6.1. (Cu 0,1 mol/l, Na_2CO_3 1 mol/l).

4.4. Διάλυμα θειοθεϊκού νατρίου 0,1 mol/l.

4.5. Διάλυμα αμύλου το οποίο παρασκευάζεται ως ακολούθως:

Προστίθεται μείγμα 5 g διαλυτού αμύλου με 30 ml νερό σε 1 λίτρο ζέοντος νερού.

Το όλον αφήνεται σε βρασμό για τρία λεπτά και ψύχεται.

Προστίθενται ενδεχομένως 10 mg ιαδιούχου υδραργύρου (II) ως συντηρητικό.

4.6. Θειϊκό οξύ 3 mol/l.

4.7. Διάλυμα ιαδιούχου καλίου 30% (m/v).

4.8. Κόκκοι ελαφρόπετρας βρασμένοι σε υδροχλωρικό οξύ, εκπλυμένοι με νερό μέχρις εξαφάνισης της όξινης αντίδρασης και ξεραμένοι.

4.9. Ισοπεντανόλη.

4.10. Υδροξείδιο του νατρίου 0,1 mol/l.

4.11. Υδροχλωρικό οξύ 0,1 mol/l.

4.12. Διάλυμα φαινολοφθαλεΐνης σε αιθανόλη 1%(m/v).

Εξοπλισμός. 5. Ο εξοπλισμός που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι ο εξής:

5.1. Κωνική φιάλη των 300 ml με κατακόρυφο ψυκτήρα.

5.2. Χρονόμετρο.

Τρόπος εργασίας. 6. Η διαδικασία εργασίας είναι η ακόλουθη:

6.1. Έλεγχος του αντιδραστηρίου Luff-Schoorl (βλέπετε υποπαράγραφο 4.3.) ο οποίος γίνεται με τον ακόλούθο τρόπο:

- 6.1.1. Σε 25 ml αντιδραστηρίου Luff-Schoorl (βλέπτε υποπαράγραφο 4.3.) προστίθενται 3 g ιωδιούχου καλίου και 25 ml θειικού οξέος 3 mol/l (βλέπτε υποπαράγραφο 4.6.).

Το διάλυμα που προκύπτει τιτλοδοτείται με 25ml διάλυματος θειοθειϊκού νατρίου 0,1 mol/l (βλέπτε υποπαράγραφο 4.4.) παρουσία διαλύματος αμύλου (βλέπτε υποπαράγραφο 4.5.) το οποίο εισάγεται προς το τέλος της τιτλοδοτήσεως. Η ποσότητα του θειοθειϊκού νατρίου 0,1 mol/l που χρησιμοποιείται πρέπει να είναι 25ml.

- 6.1.2. Σε ογκόμετρική φιάλη 100 ml μεταφέρονται 10 ml αντιδραστηρίου που έχουν ληφθεί με σιφώνιο και συμπληρώνονται μέχρι τη χαραγή με νερό.

10 ml από το αραιωμένο αντιδραστήριο μεταφέρονται με σιφώνιο σε κωνική φιάλη, πάνω σε 25 ml (βλέπτε υποπαράγραφο 4.11.) υδροχλωρικού οξέος 0,1 mol/l και θερμαίνονται μία ώρα σε βράζον υδρόλουτρο.

Το διάλυμα ψύχεται, επαναφέρεται στον αρχικό όγκο με προσθήκη νερού πρόσφατα βρασμένου και ογκομετρείται με υδροξείδιο του νατρίου 0,1 mol/l (βλέπτε υποπαράγραφο 4.10.) ποσότητας 5,5 ως 6,5 ml, παρουσία φαινολοφθαλεΐνης (βλέπτε υποπαράγραφο 4.12.).

- 6.1.3. Ογκομετρούνται 10 ml αραιωμένου αντιδραστηρίου (βλέπτε υπο-υποπαράγραφο 6.1.2.) με υδροχλωρικό οξύ 0,1 mol/l (βλέπτε υποπαράγραφο 4.11.), ποσότητας 6 εώς 7,5 ml, παρουσία φαινολοφθαλεΐνης (βλέπτε υποπαράγραφο 4.12.).

Το ισοδύναμο σημείο επισημαίνεται από την εμφάνιση του ιώδους χρώματος.

Το αντιδραστήριο Luff-Schoorl πρέπει να έχει pH στους 20°C μεταξύ 9,3 και 9,4.

6.2. Διαλυτοποίηση, η οποία γίνεται με τον ακόλουθο τρόπο:

- 6.2.1. Ζυγίζονται με προσέγγιση 0,1 mg, 5 δείγματα και μεταφέρονται σε ογκομετρική φιάλη 250 ml και προστίθενται 200 ml νερό.

Εάν είναι αναγκαίο, το διάλυμα διαυγάζεται με προσθήκη διαδοχικώς 5 ml διαλύματος Carrez I (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και 5 ml διαλύματος Carrez II (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) αναδεύοντας μετά από κάθε προσθήκη.

Συμπληρώνεται με νερό μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 250 ml, ανακατεύεται και εάν είναι αναγκαίο διηθείται.

- 6.2.2. Το διάλυμα που προκύπτει αραιώνεται έτσι ώστε 25 ml του διαλύματος να περιέχουν το λιγότερο 15 mg και το περισσότερο 60 mg αναγόντων σακχάρων εκφρασμένων σε γλυκόζη.

6.3. Ογκομέτρηση κατά Luff-Schoorl, η οποία γίνεται με τον ακόλουθο τρόπο:

Λαμβάνονται με σιφώνιο 25 ml του αντιδραστήριου Luff-Schoorl (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.) και μεταφέρονται σε κωνική φιάλη 300 ml (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.).

Προστίθενται 25 ml, λαμβανόμενα με σιφώνιο, του διαλύματος ζάχαρης, το οποίο έχει ενδεχομένως διαυγαστεί σύμφωνα με την υπο-υποπαράγραφο 6.2.2..

Προστίθενται δύο κόκκοι ελαφρόπετρας (βλέπε υποπαράγραφο 4.8.).

Η κωνική φιάλη τοποθετείται αμέσως, εφοδιασμένη με κατακόρυφο ψυκτήρα πάνω σε πλέγμα αμίαντου που φέρει άνοιγμα με διάμετρο ίση με εκείνη του πυθμένα της κωνικής φιάλης.

Μέσα σε διάστημα δύο λεπτών περίπου το υγρό φέρεται σε βρασμό.

Από τη στιγμή που το υγρό φέρεται σε βρασμό, ο βρασμός συνεχίζεται ήπια για δέκα λεπτά ακριβώς.

Το διάλυμα ψύχεται αμέσως με κρύο νερό και μετά πέντε λεπτά περίπου ογκομετρείται ως ακολούθως:

Προστίθενται 10 ml διαλύματος ιωδιούχου καλίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.7.) και αμέσως μετά με προσοχή (λόγω του κίνδυνου σχηματισμού άφθονου αφρού) 25 ml θειικού οξείου 3 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.6.).

Στη συνέχεια ογκομετρείται με διάλυμα θειοθεϊκού νατρίου 0,1 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.4.) μέχρι να εμφανιστεί μια ελαφρώς κίτρινη χροιά, προστίθενται μερικά ml διαλύματος αμύλου (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.)

και η ογκομέτρηση συνεχίζεται μέχρι να εξαφανιστεί το μπλε χρώμα.

Πραγματοποιείται λευκό πτείραμα, αντικαθιστώντας τα 25 ml σακχαρούχου διαλύματος (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 6.2.2.) με 25 ml νερό.

Έκφραση των 7. Τα αποτελέσματα εκφράζονται ως ακολούθως:
αποτελεσμάτων.

7.1. Υπολογισμός των αποτελεσμάτων:

Με τη βοήθεια του πιο κάτω πίνακα υπολογίζονται τα mg γλυκόζης ή ιμβερτοσάκχαρου που αντιστοιχούν στη διαφορά μεταξύ των τιμών των δύο ογκομετρήσεων, εκφρασμένων σε ml θειοθεϊκού νατρίου 0,1 mol/l. Εάν χρειάζεται, πραγματοποιείται η εύρεση της αντιστοιχίας αναλογικά. Το αποτέλεσμα εχφράζεται σε % (m/m) ιμβερτοσάκχαρου ή D-γλυκόζης ανηγμένης επί ξηράς ουσίας.

7.2. Επαναληψιμότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων ογκομετρήσεων, που πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα ή με άμεση διαδοχή, υπό τις ίδιες συνθήκες, από τον ίδιο αναλυτή και στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,2 ml.

Παρατήρηση. 8. Δυνατόν να συνίσταται να προστίθεται, πριν από την οξίνηση με το θειϊκό οξύ, 1 ml περίπου ισοπεντανόλης (βλέπε υποπαράγραφο 4.9.) για αποφυγή σχηματισμού αφρού.

Πίνακας τιμών κατά Luff-Schoorl

| Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 mol/l | Γλυκόζη, φρουκτόζη, ιμβερτοσάκχαρο C ₄ H ₁₂ O ₆ | |
|--|---|---------|
| ml | mg | Διαφορά |
| 1 ml | 2,4 mg | |
| 2 ml | 4,8 mg | 2,4 |
| 3 ml | 7,2 mg | 2,4 |
| 4 ml | 9,7 mg | 2,5 |
| 5 ml | 12,2 mg | 2,5 |
| 6 ml | 14,7 mg | 2,5 |
| 7 ml | 17,2 mg | 2,5 |
| 8 ml | 19,8 mg | 2,6 |
| 9 ml | 22,4 mg | 2,6 |
| 10 ml | 25,0 mg | 2,6 |
| 11 ml | 27,6 mg | 2,6 |
| 12 ml | 30,3 mg | 2,7 |
| 13 ml | 33,0 mg | 2,7 |

| Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 mol/l | Γλυκόζη, φρουκτόζη, ιμβερτοσάκχαρο C ₄ H ₁₂ O ₆ | |
|--|---|---------|
| ml | mg | Διαφορά |
| 14 ml | 35,7 mg | 2,7 |
| 15 ml | 38,5 mg | 2,8 |
| 16 ml | 41,3 mg | 2,8 |
| 17 ml | 44,2 mg | 2,9 |
| 18 ml | 47,1 mg | 2,9 |
| 19 ml | 50,0 mg | 2,9 |
| 20 ml | 53,0 mg | 3,0 |
| 21 ml | 56,0 mg | 3,0 |
| 22 ml | 59,1 mg | 3,1 |
| 23 ml | 62,2 mg | 3,1 |

Μέρος 10

Προσδιορισμός των αναγόντων σακχάρων εκφρασμένων

σε ιμβερτοσάκχαρο

(Μέθοδος σταθερού όγκου Lane και Eynon)

Πεδίο
εφαρμογής:

1. Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό των αναγόντων σακχάρων, εκφρασμένων σε ιμβερτοσάκχαρο, διαλύματος

ζάχαρης, διαλύματος λευκής ζάχαρης, διαλύματος ιμβερτοποιημένης ζάχαρης, διαλύματος ιμβερτοποιημένης λευκής ζάχαρης, σιροπιού ιμβερτοποιημένης ζάχαρης ή σιροπιού λευκής ιμβερτοποιημένης ζάχαρης.

Ορισμός. 2. Για τους σκοπούς του παρόντος Μέρους, ισχύει ο πιο κάτω ορισμός:

«ανάγοντα σάκχαρα εκφρασμένα σε ιμβερτοσάκχαρο» σημαίνει περιεκτικότητα σε ανάγοντα σάκχαρα όπως αυτή προσδιορίζεται με την μέθοδο που περιγράφεται στο παρόν Μέρος.

Αρχή. 3. Το προς ανάλυση διάλυμα τιτλοδοτείται στο σημείο ζέσεως σε σχέση με καθορισμένο όγκο αντιδραστηρίου Fehling, χρησιμοποιούμενο ως δείκτη του κυανού του μεθυλενίου.

Αντιδραστήρια. 4. Τα αντιδραστήρια που χρειάζονται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι τα εξής:

4.1. Αντιδραστήρια Fehling:

4.1.1. Διάλυμα A: Διαλύονται 69,3 g θειικού χαλκού (II) με πέντε μόρια νερού ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) σε νερό και το διάλυμα συμπληρώνεται με νερό μέχρις ότου ο όγκος να φτάσει τα 1 000 ml.

4.1.2. Διάλυμα B: Διαλύονται σε νερό 346 g τρυγικού καλιονατρίου με τέσσερα μόρια νερού ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) με 100 g υδροξειδίου του νατρίου και συμπληρώνονται με νερό μέχρις ότου ο όγκος να φτάσει τα 1 000 ml. Το διαυγές διάλυμα μεταγγίζεται για να απομακρυνθεί κάθε τυχόν υποσταθμή που δημιουργήθηκε.

Σημείωση: Τα δύο αυτά διαλύματα διατηρούνται σε καφέ ή κίτρινες φιάλες.

4.2. Υδροξείδιο του νατρίου 1 mol/l.

4.3. Πρότυπο διάλυμα ιμβερτοσάκχαρου το οποίο κατασκευάζεται ως ακολούθως:

Σε ογκομετρική φιάλη 250 ml διαλύονται 23,75 g καθαρής σακχαρόζης σε περίπου 120 ml νερό.

Προστίθενται 9 ml υδροχλωρικού οξέος (ρ-1.16) και αφήνονται σε ηρεμία σε θερμοκρασία περιβάλλοντος για οκτώ μέρες.

Το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις ότου ο όγκος να φτάσει τα 250 ml και ελέγχεται η υδρόλυση με ανάγνωση στο σακχαρόμετρο σε σωλήνα 200 mm. Η τιμή που πρέπει να ληφθεί είναι $-11,80 \pm 0,05^{\circ}\text{S}$ (βλέπε παράγραφο 8).

Με βοήθεια σιφωνίου, μεταφέρονται 200 ml του διαλύματος αυτού σε ογκομετρική φιάλη 2 000 ml, αραιούνται με νερό και αναταράσσονται συνεχώς (για να αποφευχθεί υπερβολική τοπική αλκαλικότητα).

Προστίθενται 71,4 ml υδροξείδιο του νατρίου 1 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) περιέχοντας 4g βενζοϊκού οξέος (βλέπε παράγραφο 8).

Το διάλυμα συμπληρώνεται μέχρις όγκου 2 000 ml ώστε να ληφθεί διάλυμα περιεκτικότητας σε ιμβερτοσάκχαρο 1 g/200 ml, το οποίο πρέπει να παρουσιάζει pH περίπου 3.

Το διάλυμα αυτό είναι πυκνό και σταθερό και πρέπει να αραιώνεται μόλις πριν τη χρήση.

Για να ληφθεί διάλυμα ιμβερτοσάκχαρου περιεκτικότητας 0,25 g/100 ml, ογκομετρική φιάλη 250 ml πληρούται μέχρι τη χαραγή με το διάλυμα ιμβερτοσάκχαρου 1 g/100 ml στους 20°C.

Το περιεχόμενο της φιάλης μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη 1 000 ml και αραιώνεται μέχρι τη χαραγή με νερό 20°C χρησιμοποιώντας και νερό για την έκπλυση της φιάλης.

4.4. Διάλυμα κυανού του μεθυλενίου 1 g/100 ml.

- Εξοπλισμός. 5. Ο εξοπλισμός που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι ο εξής:
- 5.1. Στενόλαιμη φιάλη 500 ml.
 - 5.2. Προχοΐδα των 50 ml με στρόφιγγα, βαθμολογημένη ανά 0,05 ml.
 - 5.3. Σιφώνια των 20, 25 και 50 ml βαθμολογημένα.
 - 5.4. Ογκομετρικές φιάλες των 250, 1 000 και 2 000 ml.
 - 5.5. Διάταξη θερμάνσεως που επιτρέπει την διατήρηση του βρασμού υπό τις συνθήκες που περιγράφονται στην υποπαράγραφο 6.1. και την παρατήρηση της αλλαγής του χρώματος στο τελικό σημείο χωρίς να χρειάζεται να απομακρυνθεί η φιάλη (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) από την πηγή της θερμότητας.

- 5.6. Χρονόμετρο που να δείχνει το χρόνο του λάχιστον με ακρίβεια δευτερολέπτου.

Τρόπος
Εργασίας.

6. Η διαδικασία εργασίας που πρέπει να ακολουθείται είναι η ακόλουθη:

6.1. Τιτλοδότηση του αντιδραστηρίου Fehling:

- 6.1.1. Μεταφέρονται κατά σειρά, με τη βοήθεια σιφωνίου (βλέπε υποπαράγραφο 5.3.), 50 ml του διαλύματος Β (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.2.) και 50 ml του διαλύματος Α (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.1.) σε καθαρό και ξηρό ποτήρι ζέσεως και αναμειγνύονται καλά.
- 6.1.2. Η προχοΐδα εκπλύνεται και γεμίζεται με το πρότυπο διάλυμα ιμβερτοσάκχαρου περιεκτικότητας 0,25 g/100 ml (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.).
- 6.1.3. Με τη βοήθεια σιφωνίου μεταφέρεται σε ογκόμετρική φιάλη 500 ml (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) ποσότητα 20 ml του μείγματος των διαλυμάτων Α και Β (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 6.1.1.).

Προστίθενται 39ml του διαλύματος ιμβερτοσάκχαρου, τα οποία περιέχονται στην προχοΐδα, προστίθεται μικρή ποσότητα κόκκων ελαφρόπετρας, και το περιεχόμενο της φιάλης αναμειγνύεται ανακινώντας το ήπια.

- 6.1.4. Η φιάλη και το περιεχόμενο της φέρεται σε βρασμό και αφήνεται να βράζει για δύο λεπτά ακριβώς.

Η φιάλη δεν πρέπει να απομακρύνεται από την πηγή θερμότητας καθ' όλο το υπόλοιπο της εργασίας, ούτε πρέπει να παύσει να βράζει.

Προστίθενται τρεις ή τέσσερις σταγόνες του διαλύματος του κυανού του μεθυλενίου στο τέλος των δύο λεπτών βρασμού.

Το διάλυμα πρέπει να έχει καθαρό μπλε χρώμα.

Συνεχίζεται η τιτλοδότηση προσθέτοντας από την προχοϊδα το πρότυπο διάλυμα ιμβερτοσάκχαρου κατά μικρές ποσότητες κατ' αρχήν 0,2 ml, κατόπιν 0,1 ml και στο τέλος κατά σταγόνες, μέχρι να επιτευχθεί το τελικό σημείο, δηλαδή μέχρι να εξαφανιστεί το κυανό χρώμα που δίνεται από το κυανούν του μεθυλενίου.

Το διάλυμα πρέπει να πάρει κοκκινωπό χρώμα συνοδευόμενο από εναιώρηση οξειδίου του χαλκού (!).

- 6.1.6. Το τελικό σημείο πρέπει να επιτυγχάνεται μέσα σε 3 λεπτά από τη αρχή του βρασμού του διαλύματος.

Ο τελικός όγκος V_0 πρέπει να βρίσκεται μεταξύ 39 και 41 ml. Εάν ο τελικός όγκος (V_0) ξεπερνά τα όρια αυτά, προσαρμόζεται η συγκέντρωση του χαλκού του διαλύματος A (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.1.) και επαναλαμβάνεται η διαδικασία της τιτλοδοτήσεως.

- 6.2. Προετοιμασία των προς ανάλυση διαλυμάτων: Το προς ανάλυση διάλυμα πρέπει να είναι τέτοιας συγκεντρώσεως ώστε να περιέχει μεταξύ 250 και 400 mg ιμβερτοσάκχαρου ανά 100 ml.
- 6.3. Προκαταρτική δοκιμή:

- 6.3.1. Πρέπει να πραγματοποιείται προκαταρκτική δοκιμή ώστε η ποσότητα του νερού που πρέπει να προστεθεί στα 20 ml του μείγματος των διαλυμάτων Α και Β να είναι επαρκής για να ληφθεί τελικός όγκος 75 ml μετά την τιτλοδότηση. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που ακολουθείται στην υπο-υποταράγραφο 6.1.4., εκτός από το γεγονός ότι χρησιμοποιείται το προς ανάλυση διάλυμα αντί του πρότυπου διαλύματος ιμβερτοσακχάρου.

Φέρονται 25 ml του προς ανάλυση διαλύματος από την προχοΐδα στη φιάλη, προστίθενται 15 ml νερό.

Το διάλυμα φέρεται σε βρασμό για δύο λεπτά ακριβώς και κατόπιν ογκομετρείται μέχρις ότου επιτευχθεί το τελικό σημείο όπως περιγράφεται στην υπο-υποταράγραφο 6.1.5..

- 6.3.2. Εάν μετά την προσθήκη του διαλύματος του κυανού του μεθυλενίου το κοκκινωπό χρώμα επιμένει, το προς ανάλυση διάλυμα είναι πολύ πυκνό.

Στην περίπτωση αυτή, η δοκιμή εγκαταλείπεται και αναλαμβάνεται νέα δοκιμή με ένα λιγότερο πυκνό προς ανάλυση διάλυμα.

Εάν χρειάζονται περισσότερα από 50 ml προς ανάλυση διάλυμα για να ληφθεί το κοκκινωπό χρώμα, χρειάζεται να χρησιμοποιηθεί πιο πυκνό προς ανάλυση διάλυμα.

Η ποσότητα του νερού που πρέπει να προστεθεί υπολογίζεται αφαιρώντας από τα 75 ml τους όγκους του αντιδραστηρίου Fehling (20 ml) και του προς ανάλυση διαλύματος.

6.4. Ανάλυση του διαλύματος:

- 6.4.1. Με τη βοήθεια σιφωνίου μεταφέρονται στη φιάλη 20 ml του αντιδραστηρίου Fehling και ποσότητα νερού καθοριζόμενη σύμφωνα με την υποπαράγραφο 6.3.
- 6.4.2. Προστίθεται με τη βοήθεια της προχοϊδας ο όγκος του διαλύματος που υπολογίστηκε σύμφωνα με την υποπαράγραφο 6.3. μείον 1 ml.

Προστίθενται μερικοί κόκκοι ελαφρόπετρας, ανακινείται η φιάλη για να αναμειχθεί το περιεχόμενο, φέρεται το περιεχόμενο της φιάλης σε βρασμό και ογκομετρείται όπως περιγράφεται στην υποπαράγραφο 6.3..

Το τελικό σημείο πρέπει να επιτυγχάνεται μέσα σε ένα λεπτό περίπου από την προσθήκη του διαλύματος του κυανού του μεθυλενίου.

Τελικός τίτλος: V₁.

- Έκφραση των 7. Τα αποτελέσματα εκφράζονται ως ακολούθως:
αποτελεσμάτων.

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η περιεκτικότητα σε ανάγοντα σάκχαρα του δείγματος, υπολογιζόμενη σε ιμβερτοσάκχαρο, δίνεται από τον ακόλουθο τύπο:

ανάγοντα σάκχαρα (εκφρασμένα σε ιμβερτοσάκχαρο) =

$$\frac{v_0 \times 25 \times f}{c \times v_1}$$

όπου:

c = συγκέντρωση του διαλύματος του δείγματος σε g ανά 100 ml

v_0 = όγκος σε ml του τιτλοδοτημένου διαλύματος ιμβερτοσάκχαρου που χρησιμοποιήθηκε κατά την τιτλοδότηση

v_1 = όγκος σε ml του διαλύματος του δείγματος που χρησιμοποιήθηκε για την ακριβή ανάλυση που περιγράφεται στην υποπαράγραφο 6.4.2.

f = συντελεστής διορθώσεως που χρησιμοποιήθηκε για να ληφθεί υπόψη η συγκέντρωση της σακχαρόζης του διαλύματος του δείγματος. Οι τιμές φαίνονται στον πιο κάτω πίνακα:

| Στήλη 1 | Στήλη 2 |
|------------------------------------|------------------------|
| Σακχαρόζη (g στο μείγμα σε βρασμό) | Συντελεστής διορθώσεως |
| 0 | 1,000 |
| 0,5 | 0,982 |
| 1,0 | 0,971 |
| 1,5 | 0,962 |
| 2,0 | 0,954 |
| 2,5 | 0,946 |
| 3,0 | 0,939 |
| 3,5 | 0,932 |
| 4,0 | 0,926 |
| 4,5 | 0,920 |
| 5,0 | 0,915 |
| 5,5 | 0,910 |
| 6,0 | 0,904 |
| 6,5 | 0,898 |

| Στήλη 1 | Στήλη 2 |
|------------------------|---------|
| Συντελεστής διορθώσεως | |
| 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 |

Οι διορθώσεις για τις διάφορες περιεκτικότητες σε σακχαρόζη του διαλύματος του δείγματος μπορούν να υπολογίζονται από τον πίνακα αναλογικά.

Σημείωση:

Η κατά προσέγγιση συγκέντρωση της σακχαρόζης μπορεί να βρεθεί αφαιρώντας τη συγκέντρωση των διαλελυμένων στερεών που οφείλεται στο ιμβερτοσάκχαρο (υπολογίζοντας για τον υπολογισμό αυτό ότι $f=1$) από την ολική συγκέντρωση σε διαλελυμένα στερεά εκφρασμένη σε σακχαρόζη και λαμβανόμενη από τον δείκτη διαθλάσεως του διαλύματος με τη βοήθεια της μεθόδου που καθορίζεται στο Μέρος 6 του παρόντος Μέρος 6.

7.2. Επαναληψιμότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα ή με άμεση διαδοχή, υπό τις ίδιες συνθήκες, από τον ίδιο αναλυτή και στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 1% του αριθμητικού τους μέσου.

- Παρατήρηση: 8. Για τη μετατροπή σε μοίρες διαιρούμε δια του 2,889 (σωλήνας ακρίβειας 200 mm φωτεινή πηγή αποτελούμενη από μία λυχνία ατμών νατρίου θερμοκρασία του χώρου όπου βρίσκεται η συσκευή γύρο στους 20°C).

Μέρος 11

Προσδιορισμός του ισοδύναμου σε δεξτρόζη (Μέθοδος σταθερής ογκομετρήσεως Lane-Eynon)

- Πεδίο εφαρμογής: 1. Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό του ισοδύναμου σε δεξτρόζη σιροπιού γλυκόζης, αφυδατωμένου σιροπιού γλυκόζης, ένυδρης δεξτρόζης και άνυδρης δεξτρόζης.

- Ορισμός: 2. Για τους σκοπούς του παρόντος Μέρους, ισχύουν οι ακόλουθοι ορισμοί:

- 2.1. «αναγωγική ισχύς» σημαίνει περιεκτικότητα σε ανάγοντα σάκχαρα, προσδιοριζόμενη με την καθοριζόμενη μέθοδο εκφρασμένη σε άνυδρη δεξτρόζη (D-γλυκόζη) και υπολογισμένη σε % (m/m) του δείγματος.
- 2.2. «ισοδύναμο σε δεξτρόζη» σημαίνει αναγωγική ισχύς υπολογισμένη σε % (m/m) ανηγμένη επί ξηράς ουσίας.

Αρχή. 3. Το προς ανάλυση διάλυμα ογκομετρείται ενώ βράζει σε σχέση με ένα καθορισμένο όγκο αντιδραστηρίου Fehling, υπό συνθήκες ακριβώς καθορισμένες, χρησιμοποιώντας σαν δείκτη το κυανούντος μεθυλενίου.

Αντιδραστήρια. 4. Τα αντιδραστήρια που χρειάζονται για να εφαρμοστεί η ακόλουθη μέθοδος είναι τα εξής:

4.1. Αντιδραστήριο Fehling:

4.1.1. Διάλυμα A: διαλύονται 69,3 g θειϊκού χαλκού (II) με πέντε μόρια νερού ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) σε νερό και το διάλυμα συμπληρώνεται με νερό μέχρις ότου ο όγκος φτάσει τα 1 000 ml το διαυγές διάλυμα μεταγγίζεται εφ' όσον χρειάζεται, για να απαλλαγεί από κάθε τυχόν σχηματισθείσα υποστάθμη

4.1.2. Διάλυμα B: διαλύονται σε νερό 346 g τρυγικού καλιονατρίου με τέσσερα μόρια νερού ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) με 100 g υδροξειδίου του νατρίου και συμπληρώνονται με νερό μέχρις όγκου 1 000 ml το διαυγές διάλυμα μεταγγίζεται για να απομακρυνθεί κάθε τυχόν υποστάθμη που δημιουργήθηκε

τα δύο διαλύματα (βλέπε υπο-υποταραγράφους 4.1.1. και 4.1.2.) διατηρούνται σε καφέ ή κίτρινες φιάλες.

4.1.3. Παρασκευή του αντιδραστηρίου Fehling:

Μεταφέρονται κατά σειρά με τη βοήθεια σιφωνίου (βλέπε υποπαράγραφο 5.3.), 50 ml του διαλύματος

B (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.2.) και 50 ml του διαλύματος A (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.1.), σε καθαρό και ξηρό ποτήρι ζέσεως και αναμειγνύονται καλά.

Σημείωση: Το μείγμα των αντιδραστηρίων Fehling δεν πρέπει να διατηρείται για μακρύ χρονικό διάστημα, αλλά να παρασκευάζεται πρόσφατα και να τιτλοδοτείται σύμφωνα με την υποπαράγραφο 6.1. κάθε μέρα που χρησιμοποιείται.

- 4.2. Άνυδρη δεξτρόζη αναφοράς (D-γλυκόζη) ($C_6H_{12}O_6$): Το προϊόν ξηραίνεται σε ξηραντήριο κενού για τέσσερις ώρες σε περίπου $100 \pm 1^\circ C$ και σε πίεση περίπου 10 kPa (103 mbar).
- 4.3. Πρότυπο διάλυμα δεξτρόζης περιεκτικότητας 0,0600g/100 ml:

Ζυγίζονται με ακρίβεια 0,1mg, 0,6 g άνυδρης δεξτρόζης (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) και διαλύονται σε νερό.

Το διάλυμα μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη 100 ml (βλέπε υποπαράγραφο 5.4.), συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή και αναμειγνύεται.

Το διάλυμα αυτό ανανεώνεται κάθε μέρα που χρησιμοποιείται.

- 4.4. Διάλυμα κυανού του μεθυλενίου σε 100 ml νερό: διαλύονται 0,1 g κυανού του μεθυλενίου 0,1 g/100 ml.

Εξοπλισμός. 5. Ο εξοπλισμός που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η ακόλουθη μέθοδος είναι ο εξής:

- 5.1. Στενόλαιμη σφαιρική φιάλη 250 ml.
- 5.2. Αυτόματη προχοΐδα 50 ml με στρόφιγγα, βαθμολογημένη ανά 0,05 ml.
- 5.3. Ογκομετρικά σιφώνια των 25 ml και 50 ml.
- 5.4. Ογκομετρικές φιάλες 100 ml και 500 ml με μία χαραγή.
- 5.5. Διάταξη θερμάνσεως που να επιτρέπει τη διατήρηση του βρασμού υπό τις συνθήκες που περιγράφονται στην υποπαράγραφο 6.1. και την παρατήρηση της αλλαγής του χρώματος στο ισοδύναμο σημείο χωρίς να χρειάζεται να απομακρυνθεί η φάλη (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) από την πηγή θερμότητας (βλέπε Σημείωση 3 υποπαραγράφου 6.1.).
- 5.6. Χρονόμετρο που δείχνει το χρόνο με ακρίβεια του λάχιστον δευτερολέπτου.

Τρόπος εργασίας. 6. Η διαδικασία εργασίας είναι η ακόλουθη:

- 6.1. Τιτλοδότηση του αντιδραστηρίου Fehling:
 - 6.1.1. Μεταφέρονται με σιφώνιο 25 ml αντιδραστηρίου Fehling (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.3.) σε μια καθαρή και ξηρή στενόλαιμη φιάλη (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.).

- 6.1.2. Πληρούται η προχοΐδα (βλέπε υποπαράγραφο 5.2.) με το πρότυπο διάλυμα δεξτρόζης (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.).
- 6.1.3. Μεταφέρονται 18 ml του προτύπου διαλύματος δεξτρόζης (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.) στη φιάλη (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.), η οποία ανακινείται καλά για να αναμειχθεί το περιεχόμενο.
- 6.1.4. Η φιάλη τοποθετείται πάνω στη διάταξη θερμάνσεως (βλέπε υποπαράγραφο 5.5.) που είναι ρυθμισμένη κατά τρόπο ώστε ο βρασμός να αρχίζει σε 120 ± 15 δευτερόλεπτα. Η διάταξη θερμάνσεως δεν πρέπει πλέον να ξαναρυθμιστεί καθ' όλην τη διάρκεια της τιτλοδοτήσεως (βλέπε Σημείωση 1).
- 6.1.5. Το χρονόμετρο τίθεται σε λειτουργία μόλις αρχίσει ο βρασμός, αρχίζοντας από το μηδέν.
- 6.1.6. Το περιεχόμενο της φιάλης αφήνεται να βράζει για 120 δευτερόλεπτα σύμφωνα με το χρονόμετρο και προς το τέλος του χρόνου αυτού προστίθεται 1 ml διαλύματος του κυανού του μεθυλενίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.4.).
- 6.1.7. Μετά από βρασμό 120 δευτερολέπτων (ελεγχόμενο με το χρονόμετρο), αρχίζει να προστίθεται με τη βαθμολογημένη προχοΐδα (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 6.1.2.) μέσα στη φιάλη (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) και σε ποσότητες 0,5 ml το πρότυπο διάλυμα δεξτρόζης μέχρις ότου εξαφανισθεί το χρώμα του κυανού του μεθυλενίου (βλέπε Σημειώσεις 2 και 3).

Σημειώνεται ο τελικός όγκος του πρότυπου δεξτρόζης που προστίθεται συμπεριλαμβανομένης και της προ-τελευταίας προσθήκης των 5 ml (X ml).

- 6.1.8. Επαναλαμβάνονται οι εργασίες που καθορίζονται στις υποπαραγράφους 6.1.1. και 6.1.2..
- 6.1.9. Προστίθεται με τη βοήθεια της βαθμολογημένης προχοΐδας στη φιάλη μια ποσότητα προτύπου διαλύματος δεξτρόζης ίση με (X – 3) ml.
- 6.1.10. Επαναλαμβάνονται οι εργασίες που καθορίζονται στις υποπαραγράφους 6.1.4., 6.1.5. και 6.1.6..
- 6.1.11. Αφού το διάλυμα βράσει για 120 δευτερόλεπτα (σύμφωνα με το χρονόμετρο), αρχίζει να προστίθεται το πρότυπο διάλυμα δεξτρόζης από τη βαθμολογημένη προχοΐδα στη φιάλη (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.), κατ' αρχή σε ποσότητες 0,2 ml και τελικά κατά σταγόνα, μέχρι να εξαφανιστεί το χρώμα του κυανού του μεθυλενίου.

Προς το τέλος αυτής της εργασίας το χρονικό διάλυμα μεταξύ των διαδοχικών προσθηκών του διαλύματος δεξτρόζης πρέπει να φτάνει τα 10 ως 15 δευτερόλεπτα.

Οι προσθήκες αυτές πιρέπει να τελειώνουν μέσα σε 60 δευτερόλεπτα, δηλαδή ο ολικός χρόνος του βρασμού δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 180 δευτερόλεπτα.

Μπορεί να αποδειχθεί αναγκαίο να γίνει μια τρίτη τιτλοδότηση με αρχική προσθήκη πρότυπου

διαλύματος δεξτρόζης (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 6.1.9.) που να είναι ελαφρώς ανώτερη και κατάλληλα προσαρμοσμένη, για να ληφθεί το επιθυμητό αποτέλεσμα.

6.1.12 Σημειώνεται ο όγκος (ν₀ ml) του προτύπου διαλύματος δεξτρόζης (βλέπε Σημείωση 4).

6.1.13. Το ν₀ πρέπει να βρίσκεται μεταξύ 19 και 21 ml πρότυπου διαλύματος δεξτρόζης (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.).

Εάν το ν₀ ξεπερνά αυτά τα όρια, προσαρμόζεται κατάλληλα η συγκέντρωση του διαλύματος A (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.1.) και επαναλαμβάνεται η τιτλοδότηση.

6.1.14. Για την καθημερινή τιτλοδότηση του αντιδραστηρίου Fehling, νοούμενου ότι το ν₀ είναι γνωστό με ακρίβεια, μία μόνη τιτλοδότηση είναι αναγκαία με αρχική προσθήκη (ν₀ - 0,5 ml) πρότυπου διαλύματος δεξτρόζης.

Σημείωση 1:

Μόλις αρχίσει ο βρασμός πρέπει η έκλυση ατμού να είναι ζωηρή και συνεχής καθ' όλη τη διάρκεια της τιτλοδοτήσεως πράγμα που επιτρέπει την αποφυγή, όσον το δυνατόν, εισόδου αέρα στη φιάλη τιτλοδοτήσεως, το οποίο θα είχε σαν συνέπεια την επανοξείδωση του περιεχομένου της φιάλης.

Σημείωση 2:

Η εξαφάνιση του χρώματος του κυανού του μεθυλενίου παρατηρείται πιο εύκολα κοιτάζοντας τα ανώτερα στρώματα και το μηνίσκο του περιεχομένου της φιάλης τιτλοδοτήσεως, που είναι σχετικά απαλλαγμένα από ίζημα κόκκινου οξειδίου του χαλκού (I).

Η εξαφάνιση του χρώματος διακρίνεται καλύτερα στο έμμεσο φως.

Είναι χρήσιμο να μπαίνει ένα λευκό φόντο πίσω από τη φιάλη τιτλοδοτήσεως.

Σημείωση 3:

Η βαθμολογημένη προχοΐδα πρέπει να απομονώνεται, όσο το δυνατόν, από την πηγή της θερμότητας κατά τη διάρκεια του προσδιορισμού.

Σημείωση 4:

Καθότι πρέπει να λαμβάνεται πάντα υπόψη ο ατομικός παράγοντας κάθε αναλυτής πρέπει να πραγματοποιεί τη δική του ογκομέτρηση τυποποιήσεως και να χρησιμοποιεί τη δική του τιμή να για τους υπολογισμούς (βλέπε υποπαράγραφο 7.1.).

6.2. Προκαταρκτική εξέταση του δείγματος:

6.2.1. Εκτός εάν είναι γνωστή κατά προσέγγιση η αναγωγική ισχύς (βλέπε υποπαράγραφο 2.1.) του δείγματος, πραγματοποιείται μια προκαταρκτική

εξέταση για να βρεθεί η κατά προσέγγιση τιμή της κατά τρόπο ώστε να μπορεί να υπολογισθεί η μάζα του προς ανάλυση δείγματος (βλέπε υποπαράγραφο 6.3.). Η εξέταση αυτή πραγματοποιείται ως ακολούθως:

- 6.2.2. Παρασκευάζεται διάλυμα $Z\%$ (m/v) του δείγματος, όπου « Z » τιμή κατ' εκτίμηση.
- 6.2.3. Επαναλαμβάνεται η εργασία που καθορίζεται στην υποπαράγραφο 6.1.2., με τη διαφορά ότι χρησιμοποιείται το διάλυμα δείγμα (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 6.2.2.) αντί του τιτλοδοτημένου διαλύματος δεξτρόζης.
- 6.2.4. Επαναλαμβάνεται η εργασία που καθορίζεται στην υποπαράγραφο 6.1.4..
- 6.2.5. Επαναλαμβάνεται η εργασία που καθορίζεται στην υποπαράγραφο 6.1.3., με τη διαφορά ότι χρησιμοποιούνται 10 ml του διαλύματος δείγματος αντί 18 ml προτύπου διαλύματος δεξτρόζης.
- 6.2.6. Επαναλαμβάνεται η εργασία που καθορίζεται στην υποπαράγραφο 6.1.4..
- 6.2.7. Το περιεχόμενο της φιάλης φέρεται σε βρασμό και προστίθεται 1 ml διαλύματος του κυανού του μεθυλενίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.4.).
- 6.2.8. Μόλις αρχίσει ο βρασμός τίθεται σε λειτουργία το χρονόμετρο (βλέπε υποπαράγραφο 5.6.) αρχίζοντας από το μηδέν και αρχίζει να προστίθεται 1 ml

διαλύματος δείγματος από τη προχοΐδα στη σφαιρική φιάλη κάθε δέκα δευτερόλεπτα μέχρις ότου να εξαφανιστεί το χρώμα του κυανού του μεθυλενίου.

Σημειώνεται ο τελικός όγκος του διαλύματος δείγματος που προστίθεται συμπεριλαμβανομένης και της προτελευταίας προσθήκης (Y ml).

6.2.9. Το «Y» δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 50 ml.

Σε περίπτωση που το «Y» υπερβαίνει τα 50 ml, αυξάνεται η συγκέντρωση του διαλύματος δείγματος και επαναλαμβάνεται η τιτλοδότηση.

6.2.10. Η κατά προσέγγιση αναγωγική ισχύς του παρασκευασμένου δείγματος επί τοις εκατό κατά μάζα δίνεται από τον τύπο:

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

6.3. Δημιουργία δείγματος προς ανάλυση : ζυγίζεται με προσέγγιση 0,1 mg ποσότητα του δείγματος (mg) που να περιέχει μεταξύ 2,85 g και 3,15 g ανάγοντα σάκχαρα εκφρασμένα σε άνυδρη δεξτρόζη (D-γλυκόζ(η) χρησιμοποιώντας για τον υπολογισμό είτε το κατά προσέγγιση γνωστό νούμερο σχετικά με την αναγωγική ισχύ (βλέπε υποπαράγραφο 2.1.) είτε το κατά προσέγγιση νούμερο που λαμβάνεται σύμφωνα με την υπο-υποπαράγραφο 6.2.10..

6.4. Δημιουργία διαλύματος προς ανάλυση: διαλύεται η ποσότητα του προς ανάλυση δείγματος (mg) σε νερό και συμπληρώνεται με νερό μέχρι 500 ml.

6.5. Προσδιορισμός του προς ανάλυση δείγματος:

- 6.5.1. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.1..
- 6.5.2. Πληρούται η προχοΐδα (βλέπε υποπαράγραφο 5.2.) με το προς ανάλυση διάλυμα (βλέπε υποπαράγραφο 6.4.).
- 6.5.3. Προστίθενται με την προχοΐδα 18,5 ml του προς ανάλυση διαλύματος σε φάλη η οποία ανακινείται για να αναμιχθεί το περιεχόμενο.
- 6.5.4. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.4..
- 6.5.5. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.5..
- 6.5.6. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.6..
- 6.5.7. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.7., με τη διαφορά ότι χρησιμοποιείται το προς ανάλυση διάλυμα αντί του προτύπου διαλύματος δεξτρόζης.
- 6.5.8. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.8..
- 6.5.9. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.9., με τη διαφορά ότι χρησιμοποιείται το προς ανάλυση διάλυμα αντί του προτύπου διαλύματος δεξτρόζης.

- 6.5.10. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.10..
- 6.5.11. Επαναλαμβάνεται η εργασία που διαλαμβάνεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.11., με τη διαφορά ότι χρησιμοποιείται το προς ανάλυση διάλυμα αντί του προτύπου διαλύματος δεξτράζης.
- 6.5.12. Σημειώνεται ο όγκος (V_1) του προς ανάλυση διαλύματος, ο οποίος χρησιμοποιείται μέχρι το τελικό σημείο της τιτλοδοτήσεως.
- 6.5.13. Ο V_1 πρέπει να είναι μεταξύ 19 και 21 ml προς ανάλυση διαλύματος. Εάν ο V_1 ξεπερνά τα πιο πάνω όρια, προσαρμόζεται κατάλληλα η συγκέντρωση του διαλύματος και επαναλαμβάνονται οι εργασίες που αναφέρονται στις υπο-υποπαραγράφους 6.5.1. μέχρι και 6.5.12..
- 6.5.14. Πραγματοποιούνται δύο προσδιορισμοί με το ίδιο προς ανάλυση διάλυμα.

6.6. Περιεκτικότητα σε ξηρά ουσία:

Η περιεκτικότητα σε ξηρά ουσία του δείγματος προσδιορίζεται χρησιμοποιώντας τη μέθοδο που διαλαμβάνεται στο Μέρος 5 του παρόντος Παραρτήματος.

Έκφραση των αποτελεσμάτων. 7. Τα αποτελέσματα εκφράζονται ως ακολούθως:

7.1. Τύποι και υπολογισμός των αποτελεσμάτων:

7.1.1. Αναγωγική ισχύς:

Η αναγωγική ισχύς, υπολογισμένη επί τοις εκατό της μάζας του δείγματος δίνεται από τον τύπο:

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

όπου:

V_0 = όγκος, σε ml, του προτύπου διαλύματος της δεξτρόζης (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.) που χρησιμοποιείται κατά την τιτλοδότηση (βλέπε υποπαράγραφο 6.1.)

V_1 = όγκος, σε ml, του προς ανάλυση διαλύματος (βλέπε υποπαράγραφο 6.4.) που χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό (βλέπε υποπαράγραφο 6.5.)

M = μάζα, σε g, του προς ανάλυση δείγματος (βλέπε υποπαράγραφο 6.3.) που χρησιμοποιείται για να ληφθούν 500 ml του προς ανάλυση διαλύματος.

7.1.2. Ισοδύναμο σε δεξτρόζη:

Το ισοδύναμο σε δεξτρόζη, υπολογισμένο επί τοις εκατό επί της ξηράς ουσίας του δείγματος, δίνεται από τον τύπο:

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

όπου:

PR = αναγωγική ισχύς υπολογισμένη επί τοις εκατό της μάζας του δείγματος (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 7.1.1.)

D = περιεκτικότητα σε ξηρά ουσία του δείγματος επί τοις εκατό κατά βάρος.

- 7.1.3. Σαν αποτέλεσμα λαμβάνεται ο αριθμητικός μέσος δύο προσδιορισμών, υπό την προϋπόθεση ότι πληρούνται οι απαιτήσεις σχετικά με την επαναληψιμότητα (βλέπε υποπαράγραφο 7.2.)..

7.2. Επαναληψιμότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα ή με άμεση διαδοχή, υπό τις ίδιες συνθήκες, από τον ίδιο αναλυτή και στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 1% του αριθμητικού τους μέσου.

Μέρος 12

Προσδιορισμός της θειϊκής τέφρας

- | | |
|------------------|--|
| Πεδίο εφαρμογής. | 1. Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό της θειϊκής τέφρας σιροπιού γλυκόζης, αφυδατωμένου σιροπιού γλυκόζης, ένυδρης δεξτρόζης και άνυδρης δεξτρόζης. |
| Ορισμός. | 2. Η περιεκτικότητα σε θειϊκή τέφρα προσδιορίζεται με την μέθοδο που περιγράφεται στο παρόν Μέρος. |
| Αρχή. | 3. Η υπολειμματική μάζα του δείγματος προσδιορίζεται σε οξειδωτικό περιβάλλον μετά από αποτέφρωση στους 525°C παρουσία θειϊκού οξέος και εκφράζεται επί τοις εκατό της μάζας. |
| Αντιδραστήρια. | 4. Το αντιδραστήριο που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η ακόλουθη μέθοδος είναι το αραιό θειϊκό οξύ, το οποίο κατασκευάζεται με την προσθήκη, αργά και με προσοχή, 100 ml πυκνού H_2SO_4 (πυκνότητας $P_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$, 96% m/m) σε 300 ml νερό. |

Εξοπλισμός. 5. Ο εξοπλισμός που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι ο εξής:

- 5.1. Ηλεκτρικός κλίβανος εφοδιασμένος με πυρόμετρο και ο οποίος μπορεί να λειτουργεί σε θερμοκρασία $525 \pm 25^\circ\text{C}$.
- 5.2. Αναλυτικός ζυγός με ακρίβεια 0,1 mg.
- 5.3. Χωνευτήρια αποτεφρώσεως από πλατίνα ή χαλαζία με κατάλληλο όγκο.
- 5.4. Ξηραντήρας, με silica gel που έχει ενεργοποιηθεί πρόσφατα ή με ένα ισοδύναμο αφυδατικό, και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

Τρόπος Εργασίας. 6. Η διαδικασία εργασίας είναι η ακόλουθη:

Ζυγίζονται με ακρίβεια 0,1 mg, 5 g σιρόπι γλυκόζης ή αφυδατωμένο σιρόπι γλυκόζης ή 10 g περίπου ένυδρης ή άνυδρης δεξτροζης μέσα σε χωνευτήριο αποτεφρώσεως (βλέπε υποπαράγραφο 5.3.) που έχει θερμανθεί προηγουμένως μέχρι τη θερμοκρασία αποτεφρώσεως και κατόπιν έχει ψυχθεί και ζυγιστεί.

Προστίθενται 5 ml θειϊκού οξέος (βλέπε παράγραφο 4 και υποπαράγραφο 8.1.) και το χωνευτήριο που περιέχει το δείγμα θερμαίνεται προσεκτικά πάνω σε φλόγα ή σε θερμαντική πλάκα μέχρι να απανθρακωθεί πλήρως.

Κατά τη διάρκεια της απανθρακώσεως οι ατμοί του δείγματος πρέπει να αναφλέγονται (βλέπε υποπαράγραφο 8.2.).

Τοποθετείται κατόπιν το χωνευτήριο (βλέπε υποπαράγραφο 5.3.) στον κλίβανο (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) ευρισκόμενο σε

Θερμοκρασία $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$ μέχρι να ληφθεί άσπρη τέφρα, πράγμα που μπορεί να γίνει γενικά μέσα σε δύο ώρες (βλέπε υποταράγραφο 8.3.).

Το δείγμα αφήνεται να ψυχθεί περίπου 30 λεπτά μέσα στο ξηραντήρα (βλέπε υποταράγραφο 5.4.) και ζυγίζεται.

Έκφραση αποτελεσμάτων:

7. Τα αποτελέσματα εκφράζονται ως ακολούθως:

Η περιεκτικότητα σε θειϊκή τέφρα εκφρασμένη επί τοις εκατό της μάζας του προς ανάλυση δείγματος ίση με:

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

όπου:

m_0 = αρχική μάζα σε g του δοκιμίου

m_1 = μάζα σε g της θειϊκής τέφρας.

7.2. Επαναληψιμότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα ή με άμεση διαδοχή, υπό τις ίδιες συνθήκες, από τον ίδιο αναλυτή και στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 2% της αριθμητικής τιμής της περιεκτικότητας σε τέφρα.

Παρατηρήσεις:

8. Παρατηρήσεις:

8.1. Για να αποφευχθεί ο σχηματισμός μεγάλης ποσότητας αφρού το θειϊκό οξύ προστίθεται σε μικρές ποσότητες.

- 8.2. Πρέπει να λαμβάνονται όλες οι απαραίτητες προφυλάξεις κατά τη διάρκεια της πρώτης απανθρακώσεως ώστε να αποφευχθεί απώλεια δείγματος ή τέφρας εξ' αιτίας ισχυρής διογκώσεως της μάζας.
- 8.3. Εάν το δείγμα είναι δύσκολο να αποτεφρωθεί το χωνευτήριο μπορεί να απομακρυνθεί από τον κλίβανο και το υπόλειμμα να βραχεί μετά από ψύξη με μερικές σταγόνες νερό και να ανατοποθετηθεί στον κλίβανο.

Μέρος 13

Προσδιορισμός της στροφικής ικανότητας (πολωσιμέτρηση)

- Πεδίο εφαρμογής.** 1. Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τον προσδιορισμό της στροφικής ικανότητας ημίλευκης ζάχαρης, ζάχαρης ή λευκης ζάχαρης και υπέρλευκης ζάχαρης.
- Ορισμός.** 2. Για τους σκοπούς του παρόντος Μέρους, ισχύει ο ακόλουθος ορισμός:
- «πολωσιμέτρηση» σημαίνει στροφή του επιπέδου του ππολωμένου φωτός από διάλυμα ζάχαρης περιεκτικότητας 25 g/100 ml και το οποίο περιέχεται σε σωλήνα μήκους 200 mm.
- Αρχή.** 3. Η στροφική ικανότητα προσδιορίζεται με τη βοήθεια σακχαρόμετρου ή πολωσίμετρου σύμφωνα με την μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω.
- Αντιδραστήρια.** 4. Τα αντιδραστήρια που χρειάζονται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι τα εξής:
- 4.1. Διαυγαστικό : Διάλυμα βασικού οξικού μολύβδου:

Προστίθενται 560 g ξηρού βασικού οξικού μολύβδου σε 1 000 ml περίπου νερό που έχει βρασθεί πρόσφατα. Βράζεται για 30 λεπτά και αφήνεται σε ηρεμία για περίπου μια νύκτα.

Μεταγγίζεται η ανώτερη στιβάδα και αραιώνεται με νέρο που έχει βραστεί πρόσφατα, μέχρι να ληφθεί διάλυμα πυκνότητας περίπου 1,25 g/ ml (πυκνότητα $P_{20} = 1,25 \text{ g/ml}$).

Το διάλυμα που προκύπτει διατηρείται προφυλαγμένο από τον αέρα.

4.2. Διαιθυλαιθέρας.

Εξοπλισμός.

5. Ο εξοπλισμός που χρειάζεται για να εφαρμοστεί η πιο κάτω μέθοδος είναι ο εξής:

- 5.1. Σακχαρόμετρο βαθμολογημένο για ένα κανονικό βάρος 26 g σακχαρόζης ή πολωσίμετρο: η συσκευή αυτή πρέπει να εγκαθίσταται σε χώρο με θερμοκρασία κοντά στους 20°C και να έχει ρυθμιστεί με τη βοήθεια πλακών πρότυπου χαλαζία.
- 5.2. Φωτεινή πηγή αποτελούμενη από λυχνία ατμών νατρίου.
- 5.3. Σωλήνες ακρίβειας για πολωσίμετρο μήκους 200 mm οι οποίοι δεν πρέπει να παρουσιάζουν σφάλμα που να υπερβαίνει το $\pm 0,02 \text{ mm}$.
- 5.4. Αναλυτικός ζυγός με ακρίβεια 0,1 mg.
- 5.5. Ογκομετρικές φιάλες περιεκτικότητας 100 ml εξακριβωμένης ξεχωριστά για κάθε μία. Οι φιάλες των οποίων η πραγματική χωρητικότητα κείται στο διάστημα

των $100 \pm 0,01$ ml, μπορούν να χρησιμοποιηθούν χωρίς διόρθωση. Οι φιάλες των οποίων η χωρητικότητα κείται έξω από τα όρια αυτά χρησιμοποιούνται κάνοντας μια κατάλληλη διόρθωση για την προσαρμογή στα 100 ml.

- 5.6. Υδατόλουτρο εφοδιασμένο με θερμοστάτη ρυθμισμένο στους $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

Τρόπος εργασίας. 6. Η κατάλληλη διαδικασία εργασίας είναι η ακόλουθη:

- 6.1. Προετοιμασία του διαλύματος:

Ζυγίζονται $26 \pm 0,002$ g προς ανάλυση δείγματος όσο το δυνατό γρηγορότερα και μεταφέρονται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη 100 ml (βλέπε υποπαράγραφο 5.5) με τη βοήθεια 60 ml περίπου νερού όπου διαλύονται με ανάδευση και χωρίς θέρμανση.

Εάν επιβάλλεται διαύγανση, προστίθενται 0,5 ml αντιδραστηρίου οξικού μολύβδου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.).

Το διάλυμα αναμειγνύεται δια περιστροφής εκπλύνονται τα τοιχώματα της φιάλης και ο όγκος φέρεται μέχρι 10 ml περίπου κάτω από τη χαραγή.

Μεταφέρεται η φιάλη στο υδρόλουτρο, το οποίο είναι ρυθμισμένο στους $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ (βλέπε υποπαράγραφο 5.6.) μέχρι σταθεροποιήσεως της θερμοκρασίας του διαλύματος της ζάχαρης.

Εξαλείφονται, εάν χρειάζεται, οι φυσαλίδες που σχηματίζονται στην επιφάνια του υγρού με μια σταγόνα διαιθυλαιθέρα (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.).

Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τη χαραγή και ανακατεύεται καλά δι' ανατροπής τη φιάλης με το χέρι τουλάχιστον τρεις φορές.

Η φιάλη και το περιεχόμενο της αφήνεται σε ηρεμία για πέντε λεπτά.

6.2. Πολωσιμέτρηση: Διατηρείται για τις ακόλουθες εργασίες η θερμοκρασία στους $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$:

6.2.1. Ελέγχεται εάν η συσκευή είναι μηδενισμένη.

6.2.2. Το διάλυμα διηθείται με διηθητικό χαρτί. Τα πρώτα 10 ml του διαλύματος απορρίπτονται και συλλέγονται 50 ml από το διήθημα με τα οποία εκπλύνεται δύο φορές ο πολωσιμετρικός σωλήνας.

6.2.3. Ο σωλήνας πληρούται προσεκτικά με το προς ανάλυση διάλυμα σακχαρόζης στους $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$.

Κατά τη στιγμή που εφαρμόζεται το διάφραγμα, απομακρύνονται όλες οι φυσαλίδες του αέρα. Ο γεμάτος σωλήνας τοποθετείται στην υποδοχή της συσκευής

6.2.4. Αναγιγνώσκεται η στροφή με προσέγγιση $0,05^{\circ}\text{S}$ (ή $0,02^{\circ}\text{S}$ μοίρες) και πραγματοποιούνται πέντε προσδιορισμοί από τους οποίους λαμβάνεται ο μέσος όρος.

Έκφραση
αποτελεσμάτων.

7. Τα αποτελέσματα εκφράζονται ως ακολούθως:

7.1. Τύπος και υπολογισμός των αποτελεσμάτων:

Τα αποτελέσματα εκφράζονται σε βαθμούς S με προσέγγιση περίπου $0,1^{\circ}\text{S}$ και η μετατροπή των πολωσιμετρικών βαθμών σε σακχαρομετρικούς γίνεται με τη βοήθεια του τύπου:

$$\text{Βαθμός S} = \text{μοίρα} \times 2,889$$

7.2. Επαναληψιμότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα ή με άμεση διαδοχή, υπό τις ίδιες συνθήκες, από τον ίδιο αναλυτή και στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει τους $0,1^{\circ}\text{S}$.