7.pielikums

Ministru kabineta

2015. gada .novembra

noteikumiem Nr.

**Reducējošo cukuru noteikšana, izsakot to saturu kā invertcukuru**

**(Leina un *Eynon* konstanto tilpumu modifikācija)**

1. Izmantojot šo metodi, nosaka reducējošo cukuru saturu, kas izteikts kā invertcukurs, šādiem cukura veidiem:

1.1. cukura šķīdumam;

1.2. baltajam cukura šķīdumam;

1.3. invertcukura šķīdumam;

1.4. baltajam invertcukura šķīdumam;

1.5. invertcukura sīrupam;

1.6. baltajam invertcukura sīrupam.

2. Lielums, kas noteikts, izmantojot šo metodi, ir reducējošais cukurs, izteikts kā invertcukurs.

3. Parauga šķīdumu titrē viršanas temperatūrā attiecībā pret norādītu Fēlinga (*Fehling*) šķīduma tilpumu, par iekšējo indikatoru izmantojot metilēnzilo.

4. Reaģenti:

4.1. Fēlinga šķīdums:

4.1.1. A šķīdums: izšķīdina 69,3 g vara (II) sulfāta pentahidrāta (CuSO4 \* 5H2O) ūdenī un papildina līdz 1000 ml ar ūdeni;

4.1.2. B šķīdums: izšķīdina 346 g nātrija kālija tatrāta tetrahidrāta (KNaC4H4O6 \* 4H2O) un 100 g nātrija hidroksīda ūdenī un papildina ar ūdeni līdz 1000 ml. Dzidro šķīdumu dekantē no nogulsnēm, kas laiku pa laikam var rasties;

4.2. šķīdumus, kas minēti šī pielikuma 4.1.1. un 4.1.2. apakšpunktā, glabā tumšās stikla pudelēs;

4.3. nātrija hidroksīda šķīdums 1 mol/l;

4.4. invertcukura standartšķīdums: izšķīdina 23,750 g tīras saharozes apmēram 120 ml ūdens 250 ml mērkolbā. Pievieno 9 ml sālsskābes (blīvums – 1,16 g/ml), samaisa un astoņas dienas nostādina istabas temperatūrā. Pēc tam šķīdumu atšķaida līdz 250 ml ar ūdeni un ar saharimetru vai polarimetru, mērot 200 mm kivetē, pārbauda, vai hidrolīze ir beigusies. Saharometra rādījumiem jābūt mīnus 11,80 ± 0,05 °S. 200 ml šā šķīduma ar pipeti pārnes 2000 ml mērkolbā. Atšķaida ar ūdeni un maisot pievieno 71,4 ml 1 mol/l NaOH, kurā ir izšķīdināti 4 g benzoskābes. Pēc tam atšķaida ar ūdeni līdz 2000 ml, lai iegūtu invertcukura koncentrāciju šķīdumā 1 g/100 ml. Sagatavotā šķīduma pH līmenis ir aptuveni 3. Šo stabilo pamatšķīdumu atšķaida tieši pirms lietošanas. Lai pagatavotu invertcukura šķīdumu ar koncentrāciju 0,25 g/100 ml, piepilda 250 ml mērkolbu ar bāzes šķīdumu (1 g/100 ml) 20 °C temperatūrā. Šo šķīdumu ieskalo 1000 ml mērkolbā un atšķaida ar ūdeni līdz zīmei (20 °C);

4.5. metilēnzilā šķīdums 1g/100 ml.

5. Iekārtas:

5.1. 500 ml termoizturīgas kolbas ar šauru kaklu;

5.2. 50 ml birete ar iedaļas vērtību 0,05 ml;

5.3. 20, 25 un 50 ml mērpipetes;

5.4. 250, 1000 un 2000 ml mērkolbas;

5.5. karsēšanas ierīce, ar kuru var nodrošināt viršanu šī pielikuma 6.1. apakšpunktā aprakstītajos apstākļos, lai novērotu beigu punkta krāsas maiņu, nenoņemot kolbu no siltuma avota;

5.6. hronometrs ar precizitāti līdz vienai sekundei.

6. Procedūra:

6.1. Fēlinga šķīduma standartizēšana:

6.1.1. tīrā sausā kolbā ar mērpipeti pārnes 50 ml B šķīduma, pēc tam pievieno 50 ml A šķīduma un labi samaisa;

6.1.2. izskalo un piepilda bireti ar 0,25 % (0,25 g/100 ml) invertcukura standartšķīdumu;

6.1.3. 500 ml kolbā ar mērpipeti pārnes 20 ml alikvoto daļu no sajauktā A un B šķīduma, pievieno 15 ml ūdens. No biretes pielej 39 ml invertcukura šķīduma, pievieno nelielu daudzumu pumeka granulu un kolbas saturu sajauc, viegli kratot;

6.1.4. uzkarsē kolbas saturu līdz viršanai un vāra precīzi divas minūtes. Kolbu nedrīkst noņemt no karsēšanas ierīces visu procesa laiku, kā arī uzrauga, lai vārīšanās būtu nepārtraukta. Pēc divu minūšu vārīšanas pievieno 3–4 pilienus metilēnzilā šķīduma. Šķīdumam jābūt izteikti zilā krāsā;

6.1.5. turpina standartizēšanu. No biretes nelielās porcijās pievieno invertcukura standartšķīdumu: sākumā 0,2 ml, pēc tam 0,1 ml un beigās atsevišķus pilienus, līdz tiek sasniegts titrēšanas beigu punkts. To parāda metilēnzilā zilās krāsas izzušana. Šķīdums pēc tam kļūst sārts, to rada vara (I) oksīda suspensija;

6.1.6. titrēšanas beigu punktu sasniedz trešās minūtes beigās, skaitot no brīža, kad šķīdums sācis vārīties. Titranta patēriņam titrēšanas beigās V0 jābūt starp 39,0 un 41,0 ml. Ja V0 neiekļaujas šajās robežās, koriģē vara koncentrāciju Fēlinga šķīdumā A un atkārto standartizēšanas procesu;

6.2. parauga šķīdumu gatavošana: parauga šķīduma koncentrācijai jābūt tādai, lai 100 ml saturētu 250 līdz 400 mg invertcukura;

6.3. priekšmēģinājums:

6.3.1. veic priekšmēģinājumu, lai noteiktu nepieciešamo pievienojamā ūdens daudzumu. To pievieno 20 ml A un B šķīdumu maisījumam, lai pēc titrēšanas šķīduma kopējais tilpums būtu 75 ml. Darbu veic tāpat, kā aprakstīts šī pielikuma 6.1.4. apakšpunktā, vienīgi invertcukura standartšķīduma vietā titrēšanai izmanto parauga šķīdumu, t.i., no biretes kolbā ielej 25 ml parauga šķīduma. Pievieno 15 ml ūdens un ļauj šķīdumam vārīties 2 minūtes, tad titrē līdz beigu punkta sasniegšanai, kā aprakstīts šī pielikuma 6.1.5. apakšpunktā;

6.3.2. ja pēc metilēnzilā šķīduma pievienošanas uzreiz parādās sarkanā krāsa, parauga šķīdums ir pārāk koncentrēts. Tādā gadījumā tests ir jāatkārto, izmantojot mazāk koncentrētu parauga šķīdumu. Ja sārtās krāsas sasniegšanai ir nepieciešams vairāk nekā 50 ml parauga šķīduma, tad izmanto koncentrētāku parauga šķīdumu. Aprēķina ūdens daudzumu, ko pievieno analīzei, no 75 ml atņemot sajauktā Fēlinga šķīduma 20 ml un titrēšanā patērēto parauga šķīduma daudzumu;

6.4. parauga šķīduma beigu analīze:

6.4.1. kolbā ar mērpipeti pievieno 20 ml Fēlinga šķīduma un ūdens daudzumu, kas noteikts saskaņā ar šī pielikuma 6.3. apakšpunktu;

6.4.2. no biretes pievieno tādu parauga šķīduma daudzumu, kas ir par 1 ml mazāks nekā šī pielikuma 6.3. apakšpunktā noteiktais parauga šķīduma daudzums. Pievieno vārķermeņus, samaisa, vāra un titrē kā iepriekš (6.3. apakšpunkts). Titrēšanas beigu punktu (V–1) sasniedz vienas minūtes laikā no metilēnzilā šķīduma pievienošanas.

7. Rezultātu izteikšana:

7.1. reducējošo cukuru saturu, izteiktu kā invertcukuru paraugā, aprēķina procentos pēc šādas formulas:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  | *V0* x 25 x *f* | , kur |  |
|  |  | *C0* x *V1* |  |

C0 – parauga šķīduma koncentrācijā (g/100 ml);

V0 – invertcukura standartšķīduma tilpums, kas patērēts standartizēšanas titrēšanā (mililitros);

V1 – parauga šķīduma tilpums, kas patērēts precīzajā titrēšanā (mililitros);

f – korekcijas faktors, lai ņemtu vēra saharozes koncentrāciju parauga šķīdumā. Tā vērtības norādītas šī pielikuma tabulā.

Tabula

|  |  |
| --- | --- |
| Saharoze (gramos, vārītajā maisījumā) | Korekcijas faktors (f) |
| 0,0 | 1,000 |
| 0,5 | 0,982 |
| 1,0 | 0,971 |
| 1,5 | 0,962 |
| 2,0 | 0,954 |
| 2,5 | 0,946 |
| 3,0 | 0,939 |
| 3,5 | 0,932 |
| 4,0 | 0,926 |
| 4,5 | 0,920 |
| 5,0 | 0,915 |
| 5,5 | 0,910 |
| 6,0 | 0,904 |
| 6,5 | 0,898 |
| 7,0 | 0,893 |
| 7,5 | 0,888 |
| 8,0 | 0,883 |
| 8,5 | 0,878 |
| 9,0 | 0,874 |
| 9,5 | 0,869 |
| 10,0 | 0,864 |

Korekcijas dažādiem saharozes saturiem parauga šķīdumā var rēķināt pēc tabulas ar interpolāciju.

Aptuvenu saharozes koncentrāciju var noteikt, atņemot no kopējās sausās vielas koncentrācijas izšķīdinātu sausās vielas koncentrāciju, kas izteikta kā invertcukurs (noteikta pēc šīs metodes, pieņemot, ka f = 1,0). Kopējo sausās vielas koncentrāciju izsaka kā saharozi, ko iegūst no šķīduma refraktīvā indeksa, izmantojot sausnas noteikšanas metodi (3. pielikums);

7.2. atkārtojamība: atšķirība starp diviem vienādos apstākļos viena analītiķa iegūtiem rezultātiem, kas noteikti paralēli vai secīgi vienam un tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt 1,0 %.

8. Lai konvertētu °S polarimetriskos grādos, dala ar 2,889 (200 mm kivete; gaismas avots ir nātrija tvaika lampa; iekārta atrodas telpā, kurā var uzturēt temperatūru tuvu 20 °C).

Zemkopības ministrs J.Dūklavs

12.11.2015. 11:19

1066

G.Evardsone

67027629, Gunta.Evardsone@zm.gov.lv