8.pielikums

Ministru kabineta

2015. gada .novembra

noteikumiem Nr.

**Dekstrozes ekvivalenta noteikšana**

**(*Lane* un *Eynon* konstante)**

1. Izmantojot šo metodi, nosaka dekstrozes ekvivalentu šādiem cukura veidiem:

1.1. glikozes sīrupam;

1.2. sausajam glikozes sīrupam;

1.3. dekstrozes monohidrātam;

1.4. bezūdens dekstrozei.

2. Dekstrozes ekvivalents ir reducēšanas spēja, kas aprēķināta procentos no parauga sausnas masas. Reducēšanas spēja ir reducējošo cukuru saturs, kas izteikta kā bezūdens dekstroze (D-glikoze) un aprēķināta procentos no parauga masas, un noteikta ar šo metodi.

3. Ar parauga šķīdumu titrē noteiktu daudzumu Fēlinga šķīdumu maisījumu stingri noteiktos apstākļos viršanas temperatūrā, par indikatoru izmantojot metilēnzilo.

4. Reaģenti:

4.1. Fēlinga šķīdums:

4.1.1. A šķīdums – izšķīdina 69,3 g vara (II) sulfāta pentahidrāta(CuS04 \* 5H2O) ūdenī un uzpilda mērkolbu līdz 1000 ml;

4.1.2. B šķīdums – ūdenī izšķīdina 346 g nātrija kālija tatrāta tetrahidrāta (KNaC4H406 x 4H2O) un 100 g nātrija hidroksīda. Mērkolbu uzpilda līdz 1000 ml tilpumam. Dzidro šķīdumu dekantē no nogulsnēm, kas laiku pa laikam var rasties;

4.2. šī pielikuma 4.1.1. un 4.1.2. apakšpunktā minētos šķīdumus uzglabā tumšās stikla pudelēs;

4.3. jauktā Fēlinga šķīduma gatavošana: tīrā, sausā kolbā ar mērpipeti pārnes 50 ml B šķīduma un pēc tam 50 ml A šķīduma un labi samaisa;

4.4 jaukto Fēlinga šķīdumu nedrīkst uzglabāt, bet to katru dienu gatavo svaigu un standartizē;

4.5. bezūdens dekstroze (D-glikoze) C6H12O6 – šo reaģentu pirms lietošanas četras stundas žāvē vakuuma žāvēšanas skapī 100 ± 1 °C temperatūrā ar spiedienu aptuveni 10 kPa (103 mbar);

4.6. standarta dekstrozes šķīdums 0,600 g/100 ml. Ar precizitāti līdz 0,1 mg nosver 0,6 g bezūdens dekstrozes, izšķīdina ūdenī, šķīdumu kvantitatīvi pārnes 100 ml mērkolbā, līdz zīmei atšķaida ar ūdeni un samaisa. Šo šķīdumu gatavo no jauna katrai lietošanas dienai;

4.7. metilēnzilā šķīdums, 0,1 g metilēnzilā izšķīdina 100 ml ūdens.

5. Iekārtas:

5.1. 250 ml termoizturīga kolba ar šauru kaklu;

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

5.3. 25 un 50 ml mērpipetes;

5.4. 100 un 500 ml mērkolbas;

5.5. karsēšanas ierīce, ar kuru var nodrošināt viršanu šī pielikuma 6.1. apakšpunktā aprakstītajos apstākļos, kas ļauj vērot 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 pipeti iepilina 25 ml Fēlinga šķīduma;

6.1.2. bireti piepilda ar standarta dekstrozes šķīdumu un menisku nostāda uz nulli;

6.1.3. kolbā no biretes ielej 18 ml standarta dekstrozes šķīduma, kolbu sakrata, lai sajauktu saturu;

6.1.4. kolbu novieto uz karsēšanas ierīces, kas iepriekš noregulēta tā, lai viršana sāktos pēc 120 ± 15 sekundēm. Karsēšanas ierīci titrēšanas laikā neregulē (1. piezīme);

6.1.5. kad sākas viršana, ieslēdz hronometru;

6.1.6. kolbas saturu vāra 120 sekundes, laiku kontrolē ar hronometru. Vārīšanas perioda beigās pievieno 1 ml metilēnzilā šķīduma;

6.1.7. pēc 120 sekundēm, kad vārīšana pabeigta, kolbā no biretes sāk pievienot dekstrozes standarta šķīdumu pa 0,5 ml porcijām līdz metilēnzilā zilās krāsas izzušanai (2. un 3. piezīme). Atzīmē kopējo pievienotā dekstrozes standarta šķīduma tilpumu, ieskaitot priekšpēdējo 0,5 ml porciju (X ml);

6.1.8. atkārto šī pielikuma 6.1.1. un 6.1.2.apakšpunktā minētās darbības;

6.1.9. kolbā no biretes ielej tādu standarta dekstrozes šķīduma tilpumu, kas atbilst X mīnus 0,3 ml;

6.1.10. atkārto šī pielikuma 6.1.4., 6.1.5. un 6.1.6.apakšpunktā minētās darbības;

6.1.11. pēc 120 sekundēm, kad vārīšana pabeigta (pēc hronometra), kolbā no biretes sāk pievienot dekstrozes standarta šķīdumu: sākumā pa 0,2 ml lielām porcijām, bet beigās pa pilienam līdz metilēnzilā zilās krāsas izzušanai. Tuvojoties beigu punktam, laika intervālam starp dekstrozes standarta šķīduma porciju pievienošanu jābūt 10–15 sekundēm. Pakāpeniskā pievienošana jāveic 60 sekunžu laikā, lai kopējais vārīšanas laiks nepārsniegtu 180 sekundes. Lai to sasniegtu, var būt nepieciešama trešā titrēšana, kuras sākumā pievienotais dekstrozes standarta šķīdums ir nedaudz lielāks;

6.1.12. atzīmē pēdējā titrēšanā izmantotā dekstrozes standarta šķīduma tilpumu (Vo ml) (4. piezīme);

6.1.13. dekstrozes standarta šķīduma (4.3. apakšpunkts) patēriņš (V0) ir starp 19,0 un 21,0 ml. Ja V0 neiekļaujas šajās robežās, koriģē Fēlinga A šķīduma koncentrāciju un atkārto standartizēšanas procesu;

6.1.14. sajauktā Fēlinga šķīduma ikdienas standartizēšanai, ja V0 ir precīzi zināms, nepieciešama tikai viena titrēšana, sākumā pievienojot V0 mīnus 0,5 ml dekstrozes standarta šķīduma;

Piezīmes.

1. Tas nodrošina, ka, sasniedzot viršanu, notiek ūdens iztvaikošana, kas turpinās visu titrēšanas laiku, tādējādi pasargājot no gaisa iekļūšanas kolbā, kas radītu tās satura oksidēšanos.

2. Metilēnzilā krāsas izzušana vislabāk ir redzama, skatoties titrēšanas kolbas augšējā slānī un meniskā, jo tajā nebūs sarkanā vara (I) oksīda nogulšņu. Krāsas izzušana vislabāk ir redzama netiešā apgaismojumā. To palīdzēs saskatīt arī balts ekrāns aiz titrēšanas kolbas.

3. Analīzes gaitā bireti pēc iespējas vajadzētu pasargāt no sasilšanas.

4. Vienmēr ņem vērā personisko faktoru. Katrs dalībnieks pats veic standartizēšanas titrēšanu un aprēķinos (7.1. apakšpunkts) izmanto pats savu V0vērtību.

6.2. parauga priekšmēģinājums. Ja parauga reducēšanas spēja ir zināma aptuveni, ir nepieciešams priekšmēģinājums, lai aprēķinātu pievienojamo parauga masu. Šo pārbaudi veic šādi:

6.2.1. gatavo 2 % parauga šķīdumu (m/V) ar noteiktu vērtību Z;

6.2.2. noteikšanu veic saskaņā ar šī pielikuma 6.1.2. apakšpunktu un standarta dekstrozes vietā izmanto parauga šķīdumu;

6.2.3. veic šī pielikuma 6.1.1. apakšpunktā minēto darbību;

6.2.4. veic šī pielikuma 6.1.3. apakšpunktā minēto darbību un standarta dekstrozes 18 ml vietā izmanto 10 ml parauga šķīduma;

6.2.5. veic šī pielikuma 6.1.4. apakšpunktā minēto darbību;

6.2.6. uzkarsē kolbas saturu līdz viršanai. Pievieno 1 ml metilēnzilā šķīduma;

6.2.7. tiklīdz paraugs sāk vārīties, ieslēdz hronometru un sāk pievienot parauga šķīdumu no biretes pa 1,0 ml porcijām, ievērojot apmēram 10 sekunžu intervālu, līdz metilēnzilā krāsa izzūd. Atzīmē izlietoto pievienota parauga šķīduma tilpumu, ieskaitot priekšpēdējo porciju (Y, ml);

6.2.8. Y nedrīkst pārsniegt 50 ml. Ja tas lielāks par 50 ml, samazina parauga koncentrāciju un atkārto titrēšanu;

6.2.9. gatavotā parauga aptuveno reducēšanas spēju nosaka procentos no masas pēc šādas formulas:

60 x V0

——————

Y x Z

6.3. analizējamais paraugs. Iesver ar precizitāti līdz 0,1 mg paraugu, lai iesvērtais daudzums saturētu 2,85 līdz 3,15 g reducējošā cukura, kas izteikts kā bezūdens dekstroze (D-glikoze). Iesvērtā daudzuma aprēķinam izmanto aptuveno reducēšanas spējas lielumu vai skaitli, kas iegūts saskaņā ar šī pielikuma 6.2.9. apakšpunktu;

6.4. analizējamais šķīdums. Analizējamo porciju izšķīdina ūdenī un kolbā uzpilda līdz 500 ml;

6.5. noteikšana:

6.5.1. veic šī pielikuma 6.1.1. apakšpunktā minēto darbību;

6.5.2. piepilda bireti ar parauga šķīdumu un menisku noregulē uz nulli;

6.5.3. no biretes kolbā ielej 18,5 ml analizējamā šķīduma un samaisa;

6.5.4. veic šī pielikuma 6.1.4. apakšpunktā minēto darbību;

6.5.5. veic šī pielikuma 6.1.5. apakšpunktā minēto darbību;

6.5.6. veic šī pielikuma 6.1.6. apakšpunktā minēto darbību;

6.5.7. veic šī pielikuma 6.1.7. apakšpunktā minēto darbību un standarta dekstrozes vietā izmanto analizējamo šķīdumu;

6.5.8. veic šī pielikuma 6.1.8. apakšpunktā minēto darbību;

6.5.9. veic šī pielikuma 6.1.9. apakšpunktā minēto darbību un standarta dekstrozes vietā izmanto analizējamo šķīdumu;

6.5.10. veic šī pielikuma 6.1.10. apakšpunktā minēto darbību;

6.5.11. veic šī pielikuma 6.1.11 apakšpunktā minēto darbību un standarta dekstrozes vietā izmanto analizējamo šķīdumu;

6.5.12. atzīmē pēdējā titrēšanā patērētā analizējamā šķīduma tilpumu (V1);

6.5.13. analizējamā šķīduma patēriņam V1 jābūt starp 19,0 un 21,0 ml. Ja V1 neiekļaujas šajās robežās, veic analizējamā šķīduma koncentrācijas korekciju un atkārto darbības, kas minētas šī pielikuma 6.5.1., 6.5.2., 6.5.3., 6.5.4., 6.5.5., 6.5.6., 6.5.7., 6.5.8., 6.5.9., 6.5.10., 6.5.11. un 6.5.12. apakšpunktā;

6.5.14. vienam paraugam veic paralēli divas analīzes;

6.6. sausnas saturs. Sausnas saturu paraugā nosaka, izmantojot sausnas noteikšanas metodi (2.pielikums).

7. Rezultātu izteikšana:

7.1. reducēšanas spēju aprēķina procentos no sagatavotā parauga masas pēc šādas formulas:



V0 – standarta dekstrozes šķīduma tilpums, kas patērēts standartizēšanas titrēšanā (mililitros);

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

M – analizējamā parauga masa (gramos), kas izmantota, pagatavojot 500 ml analizējamā šķīduma;

7.2. dekstrozes ekvivalents – izteikts procentos no sausnas masas, ko aprēķina pēc šādas formulas:

RP x 100V

——————, kur

D

RP– reducēšanas spēja, ko aprēķina procentos no sagatavotā parauga masas

D – sausnas saturs paraugā procentos no masas;

7.3. rezultātu izsaka kā vidējo aritmētisko, ņemot vērā šī pielikuma 7.4. apakšpunktu;

7.4. atkārtojamība: atšķirība starp diviem vienādos apstākļos viena analītiķa iegūtiem rezultātiem, kas noteikti paralēli vai secīgi vienam un tam pašam paraugam, nedrīkst pārsniegt 1,0 % no to vidējā aritmētiskā.

Zemkopības ministrs J.Dūklavs

12.11.2015. 11:26

1298

G.Evardsone

67027629, Gunta.Evardsone@zm.gov.lv