Проект

**НАРЕДБА**

**за изискванията към захарите, предназначени за консумация от човека**

**Чл. 1.** (1) С наредбата се определят изискванията към наименованията, характеристиките, състава, етикетирането и методите за анализ на захарите, 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, посочен в 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, посочени в 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, посочен в приложение № 1, т. 2;

г) цвят на разтвора – не повече от 45 ICUMSA единици, определени съгласно метода, посочен в 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, посочен в приложение № 1, т. 2;

6. „Сироп на инвертна захар“ – за воден разтвор, по възможност кристализирал, 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, посочен в 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) декстрозен 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) декстрозен 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, посочен в приложение № 1, т. 2.

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

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

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

а) съдържанието на пепел, определено съгласно метода, посочен в приложение № 1, т. 2, е не повече от 0,1 % w/w;

б) цветът на разтвора не надвишава 25 ICUMSA единици, определени съгласно метода, посочен в 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 етикетиране на захарите се спазват изискванията на Регламент (ЕС) № 1169/2011 на Европейския парламент и на Съвета от 25 октомври 2011 година 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/ЕИО на Комисията, Директива 90/496/ЕИО 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 22.11.2011 г.) и на Наредбата за предоставянето на информация на потребителите за храните, приета с Постановление № 97 на Министерския съвет от 2021 г. (обн., 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 етикетиране на захарен разтвор, разтвор на инвертна захар и сироп на инвертна захар се обявяват сухото вещество и съдържанието на инвертна захар.

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

(8) При етикетиране 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.).

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

1. глюкозен сироп, дехидратиран глюкозен сироп, декстроза монохидрат и безводна декстроза се извършва съгласно метода, посочен в 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, посочен в 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, посочен в приложение № 4.

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

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

1. полубяла захар се извършва съгласно метода, посочен в приложение № 6;

2. захар или бяла захар и рафинирана бяла захар или екстра бяла захар се извършва съгласно метода, посочен в 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, посочени в приложение № 8 или № 9;

4. глюкозен сироп, дехидратиран глюкозен сироп, декстроза монохидрат и безводна декстроза се извършва съгласно методите, посочени в 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, посочен в 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, като не се посочва обичайното оборудване на лабораториите за анализ.

**Чл. 13.** Взетите проби от захари се подготвят за анализ, като:

1. съдържанието на пробата се хомогенизира добре;

2. от пробата се отделя 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, ако 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 средна стойност от най-малко две изпитвания, които отговарят на критерия за повторяемост, 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), посочен в 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 година относно някои захари, предназначени за консумация от човека (ОВ, специално българско издание: глава 13, том 033) и Първа Директива на Комисията от 26 юли 1979 година за установяване на методи на Общността за анализ с цел контрол на някои захари, предназначени за консумация от човека (79/796/ЕИО) (ОВ, специално българско издание: глава 13, том 005).

**Заключителна 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, посочени в Глава А „Процедура за присъждане на точки“ на приложението към Регламент (ЕИО) № 1265/69 на Комисията от 1 юли 1969 година 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 (ЕИО) № 1265/69.

Качествените характеристики цвят, съдържание на пепел и цвят на разтвора се изразяват посредством представянето им чрез 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 Брунсуик, както е описан в глава А, параграф 2 на приложението към Регламент (ЕИО) № 1265/69.

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

3. За показателя „цвят на разтвора“, 1 точка съответства на 7,5 единици ICUMSA, изчислени по метода на ICUMSA, както е описан в глава А, параграф 3 на приложението към Регламент (ЕИО) № 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 посочения метод.

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

a) глюкозен сироп;

б) дехидратиран глюкозен сироп;

в) декстроза монохидрат;

г) безводна декстроза.

3. Принцип: сухото вещество се определя при температура 70±1°С, като се използва вакуумна сушилня с налягане не повече от 3,3 kРa (34 mbar); анализираните 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°С = 1,19 g/ml на литър вода); обработката завършва, когато промивната вода се запази трайно кисела; промива се с вода, докато стойността на рH на филтрираната вода надвиши стойност 4; изсушава се в пещта при температура 103±2°С 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 блюдата, 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 скрубер, 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±1°С и налягането се намалява до 3,3 kРa (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 периодично 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 блюдото 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. блюдото, съдържащо частта за анализ, заедно със стъклената бъркалка се поставя в сушилнята и налягането се намалява до 3,3 kРa (34 mbar) или по-ниско; суши се при температура 70±1°С, 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 kРa (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 блюдото 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; ако 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:

$$\left(m\_{1}-m\_{2}\right) x \frac{100}{m\_{0}} ;$$

където:

*m0* е първоначалната маса на анализираната част в g;

*m1* – масата в g на тегловното блюдо плюс кизелгура, стъклената бъркалка и остатъка от анализираната част след сушенето;

*m2* – масата в g на тегловното блюдо плюс кизелгура и стъклената бъркалка;

6.2. Повторяемост: 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 посочения метод.

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

а) захарен разтвор;

б) разтвор на бяла захар;

в) разтвор на инвертна захар;

г) разтвор на бяла инвертна захар;

д) сироп на инвертна захар;

е) сироп на бяла инвертна захар.

3. Принцип: рефракционният индекс на анализираната част се определя при 20°С 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±0,5°С;

4.2. източник на светлина, състоящ се от натриева лампа.

5. Начин на работа:

5.1. ако 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°С.

6. Изразяване и изчисляване на резултатите:

6.1. изчислява се съдържанието на сухо вещество от рефракционните индекси за разтвори на захароза при 20°С от дадената 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 анализираната проба;

6.2. ако пробата е била разредена до 1:1 (w/w) с вода, изчисленото съдържание на сухо вещество трябва да бъде умножено по 2;

6.3. повторяемост: 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°С (1)

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  *n* захароза(20°C) (%) |  *n*  захароза(20°C) (%) |  *n*  захароза(20°C) (%) |  *n*  захароза(20°C) (%) |  *n*  захароза(20°C) (%) |
| 1,3330 0,0091,3331 0,0781,3332 0,1491,3333 0,2181,3334 0,2881,3335 0,3581,3336 0,4281,3337 0,4981,3338 0,5671,3339 0,6371,3340 0,7071,3341 0,7761,3342 0,8461,3343 0,9151,3344 0,9851,3345 1,0541,3346 1,1241,3347 1,1931,3348 1,2631,3349 1,3321,3350 1,4011,3351 1,4701,3352 1,5401,3353 1,6091,3354 1,6781,3355 1,7471,3356 1,8161,3357 1,8851,3358 1,9541,3359 2,0231,3360 2,0921,3361 2,1611,3362 2,2301,3363 2,2991,3364 2,3671,3365 2,4361,3366 2,5051,3367 2,5741,3368 2,6421,3369 2,7111,3370 2,7791,3371 2,8481,3372 2,9171,3373 2,9851,3374 3,0531,3555 14,8941,3556 14,9571,3557 15,0191,3558 15,0821,3559 15,1441,3560 15,2071,3561 15,2691,3562 15,3321,3563 15,3941,3564 15,4561,3565 15,5181,3566 15,5811,3567 15,6431,3568 15,7051,3569 15,7671,3570 15,8291,3571 15,8911,3572 15,9531,3573 16,0161,3574 16,0781,3575 16,1401,3576 16,2011,3577 16,2631,3578 16,3251,3579 16,3871,3580 16,4491,3581 16,5111,3582 16,5731,3583 16,6341,3584 16,6961,3585 16,7581,3586 16,8191,3587 16,8811,3588 16,9431,3589 17,0041,3590 17,0661,3591 17,1271,3592 17,1891,3593 17,2501,3594 17,3111,3595 17,3731,3596 17,4341,3597 17,4961,3598 17,5571,3599 17,6181,3600 17,6791,3601 17,7411,3602 17,8021,3603 17,8631,3604 17,9241,3605 17,9851,3606 18,0461,3607 18,1071,3608 18,1681,3609 18,2291,3830 31,0421,3831 31,0971,3832 31,1521,3833 31,2071,3834 31,2621,3835 31,3171,3836 31,3721,3837 31,4281,3838 31,4821,3839 31,5371,3840 31,5921,3841 31,6471,3842 31,7021,3843 31,7571,3844 31,8121,3845 31,8671,3846 31,9221,3847 31,9761,3848 32,0311,3849 32,0861,3850 32,1401,3851 32,1951,3852 32,2501,3853 32,3041,3854 32,3591,3855 32,4141,3856 32,4681,3857 32,5231,3858 32,5771,3859 32,6321,3860 32,6861,3861 32,7411,3862 32,7951,3863 32,8491,3864 32,9041,3865 32,9581,3866 33,0131,3867 33,0671,3868 33,1211,3869 33,1751,3870 33,2301,3871 33,2841,3872 33,3381,3873 33,3921,3874 33,4461,3875 33,5001,3876 33,5551,3877 33,6091,3878 33,6631,3879 33,7171,3880 33,7711,3881 33,8251,3882 33,8791,3883 33,9331,3884 33,9871,4105 45,3761,4106 45,4261,4107 45,4751,4108 45,5241,4109 45,5741,4110 45,6231,4111 45,6721,4112 45,7211,4113 45,7701,4114 45,8201,4115 45,8691,4116 45,9181,4117 46,9671,4118 46,0161,4119 46,0651,4120 46,1141,4121 46,1631,4122 46,2121,4123 46,2611,4124 46,3101,4125 46,3591,4126 46,4081,4127 46,4571,4128 46,5061,4129 46,5551,4130 46,6041,4131 46,6521,4132 46,7011,4133 46,7501,4134 46,7991,4135 46,8481,4136 46,8961,4137 46,9451,4138 46,9941,4139 47,0431,4140 47,0911,4141 47,1401,4142 47,1881,4143 47,2371,4144 47,2861,4145 47,3341,4146 47,3831,4147 47,4311,4148 47,4801,4149 47,5281,4150 47,5771,4151 47,6251,4152 47,6741,4153 47,7221,4154 47,7711,4155 47,8191,4156 47,8681,4157 47,9161,4158 47,9641,4159 48,0131,4380 58,2791,4381 58,3241,4382 58,3691,4383 58,4131,4384 58,4581,4385 58,5031,4386 58,5471,4387 58,5921,4388 58,6371,4389 58,6811,4390 58,7261,4391 58,7701,4392 58,8151,4393 58,8591,4394 58,9041,4395 58,9481,4396 58,9931,4397 59,0371,4398 59,0821,4399 59,1261,4400 59,1701,4401 59,2151,4402 59,2591,4403 59,3041,4404 59,3481,4405 59,3921,4406 59,4371,4407 59,4811,4408 59,5251,4409 59,5691,4410 59,6141,4411 59,6581,4412 59,7021,4413 59,7461,4414 59,7911,4415 59,8351,4416 59,8791,4417 59,9231,4418 59,9671,4419 60,0111,4420 60,0561,4421 60,1001,4422 60,1441,4423 60,1881,4424 60,2321,4425 60,2761,4426 60,3201,4427 60,3641,4428 60,4081,4429 60,4521,4430 60,4961,4431 60,5401,4432 60,5841,4433 60,6281,4434 60,6721,4655 70,0441,4656 70,0851,4657 70,1261,4658 70,1671,4659 70,2081,4660 70,2491,4661 70,2901,4662 70,3311,4663 70,3721,4664 70,4131,4665 70,4531,4666 70,4941,4667 70,5351,4668 70,5761,4669 70,6171,4670 70,6581,4671 70,6981,4672 70,7391,4673 70,7801,4674 70,8211,4675 70,8611,4676 70,9021,4677 70,9431,4678 70,9841,4679 71,0241,4680 71,0651,4681 71,1061,4682 71,1461,4683 71,1871,4684 71,2281,4685 71,2681,4686 71,3091,4687 71,3491,4688 71,3901,4689 71,4311,4690 71,4711,4691 71,5121,4692 71,5521,4693 71,5931,4694 71,6331,4695 71,6741,4696 71,7141,4697 71,7551,4698 71,7951,4699 71,8361,4700 71,8761,4701 71,9171,4702 71,9571,4703 71,9981,4704 72,0381,4705 72,0781,4706 72,1191,4707 72,1591,4708 72,1991,4709 72,2401,4930 80,8761,4931 80,9131,4932 80,9511,4933 80,9891,4934 81,0271,4935 81,0651,4936 81,1031,4937 81,1401,4938 81,1781,4939 81,2161,4940 81,2541,4941 81,2911,4942 81,3291,4943 81,3671,4944 81,4051,4945 81,4421,4946 81,4801,4947 81,5181,4948 81,5551,4949 81,5931,4950 81,6311,4951 81,6681,4952 81,7061,5953 81,7441,4954 81,7811,4955 81,8191,4956 81,8561,4957 81,8941,4958 81,9321,4959 81,969 | 1,3375 3,1221,3376 3,1901,3377 3,2591,3378 3,3271,3379 3,3951,3380 3,4631,3381 3,5321,3382 3,6001,3383 3,6681,3384 3,7361,3385 3,8041,3386 3,8721,3387 3,9401,3388 4,0081,3389 4,0761,3390 4,1441,3391 4,2121,3392 4,2791,3393 4,3471,3394 4,4151,3395 4,4831,3396 4,5501,3397 4,6181,3398 4,6861,3399 4,7531,3400 4,8211,3401 4,8881,3402 4,9561,3403 5,0231,3404 5,0911,3405 5,1581,3406 5,2251,3407 5,2931,3408 5,3601,3409 5,4271,3410 5,4941,3411 5,5621,3412 5,6291,3413 5,6961,3414 5,7631,3415 5,8301,3416 5,8971,3417 5,9641,3418 6,0311,3419 6,0981,3610 18,2901,3611 18,3511,3612 18,4121,3613 18,4731,3614 18,5341,3615 18,5951,3616 18,6551,3617 18,7161,3618 18,7771,3619 18,8371,3620 18,8981,3621 18,9591,3622 19,0191,3623 19,0801,3624 19,1411,3625 19,2011,3626 19,2621,3627 19,3221,3628 19,3821,3629 19,4431,3630 19,5031,3631 19,5641,3632 19,6241,3633 19,6841,3634 19,7451,3635 19,8051,3636 19,8651,3637 19,9251,3638 19,9851,3639 20,0451,3640 20,1061,3641 20,1661,3642 20,2261,3643 20,2861,3644 20,3461,3645 20,4061,3646 20,4661,3647 20,5251,3648 20,5851,3649 20,6451,3650 20,7051,3651 20,7651,3652 20,8251,3653 20,8841,3654 20,9441,3655 21,0041,3656 21,0631,3657 21,1231,3658 21,1831,3659 21,2421,3660 21,3021,3661 21,3611,3662 21,4211,3663 21,4801,3664 21,5401,3885 34,0401,3886 34,0941,3887 34,1481,3888 34,2021,3889 34,2561,3890 34,3101,3891 34,3631,3892 34,4171,3893 34,4711,3894 34,5241,3895 34,5781,3896 34,6321,3897 34,6851,3898 34,7391,3899 34,7931,3900 34,8461,3901 34,9001,3902 34,9531,3903 35,0071,3904 35,0601,3905 35,1141,3906 35,1671,3907 35,2201,3908 35,2741,3909 35,3271,3910 35,3801,3911 35,4341,3912 35,4871,3913 35,5401,3914 35,5931,3915 35,6471,3916 35,7001,3917 35,7531,3918 35,8061,3919 35,8591,3920 35,9121,3921 35,9661,3922 36,0191,3923 36,0721,3924 36,1251,3925 36,1781,3926 36,2311,3927 36,2841,3928 36,3371,3929 36,3891,3930 36,4421,3931 36,4951,3932 36,5481,3933 36,6011,3934 36,6541,3935 36,7061,3936 36,7591,3937 36,8121,3938 36,8651,3939 36,9171,4160 48,0611,4161 48,1091,4162 48,1581,4163 48,2061,4164 48,2541,4165 48,3021,4166 48,3501,4167 48,3991,4168 48,4471,4169 48,4951,4170 48,5431,4171 48,5911,4172 48,6391,4173 48,6871,4174 48,7351,4175 48,7841,4176 48,8321,4177 48,8801,4178 48,9281,4179 48,9761,4180 49,0231,4181 49,0711,4182 49,1191,4183 49,1671,4184 49,2151,4185 49,2631,4186 49,3111,4187 49,3591,4188 49,4071,4189 49,4541,4190 49,5021,4191 49,5501,4192 49,5981,4193 49,6451,4194 49,6931,4195 49,7411,4196 49,7881,4197 49,8361,4198 49,8841,4199 49,9311,4200 49,9791,4201 50,0271,4202 50,0741,4203 50,1221,4204 50,1691,4205 50,2171,4206 50,2641,4207 50,3121,4208 50,3591,4209 50,4071,4210 50,4541,4211 50,5021,4212 50,5491,4213 50,5961,4214 50,6441,4435 60,7161,4436 60,7591,4437 60,8031,4438 60,8471,4439 60,8911,4440 60,9351,4441 60,9791,4442 61,0231,4443 61,0661,4444 61,1101,4445 61,1541,4446 61,1981,4447 61,2411,4448 61,2851,4449 61,3291,4450 61,3721,4451 61,4161,4452 61,4601,4453 61,5031,4454 61,5471,4455 61,5911,4456 61,6341,4457 61,6781,4458 61,7211,4459 61,7651,4460 61,8091,4461 61,8521,4462 61,8961,4463 61,9391,4464 61,9831,4465 62,0261,4466 62,0701,4467 62,1131,4468 62,1561,4469 62,2001,4470 62,2431,4471 62,2871,4472 62,3301,4473 62,3731,4474 62,4171,4475 62,4601,4476 62,5031,4477 62,5471,4478 62,5901,4479 62,6331,4480 62,6771,4481 62,7201,4482 62,7631,4483 62,8061,4484 62,8491,4485 62,8931,4486 62,9361,4487 62,9791,4488 63,0221,4489 63,0651,4710 72,2801,4711 72,3201,4712 72,3611,4713 72,4011,4714 72,4411,4715 72,4821,4716 72,5221,4717 72,5621,4718 72,6021,4719 72,6431,4720 72,6831,4721 72,7231,4722 72,7631,4723 72,8031,4724 72,8431,4725 72,8841,4726 72,9241,4727 72,9641,4728 73,0041,4729 73,0441,4730 73,0841,4731 73,1241,4732 73,1641,4733 73,2041,4734 73,2441,4735 73,2851,4736 73,3251,4737 73,3651,4738 73,4051,4739 73,4451,4740 73,4851,4741 73,5241,4742 73,5641,4743 73,6041,4744 73,6441,4745 73,6841,4746 73,7241,4747 73,7641,4748 73,8041,4749 73,8441,4750 73,8841,4751 73,9241,4752 73,9631,4753 74,0031,4754 74,0431,4755 74,0831,4756 74,1231,4757 74,1621,4758 74,2021,4759 74,2421,4760 74,2821,4761 74,3211,4762 74,3611,4763 74,4011,4764 74,4411,4960 82,0071,4961 82,0441,4962 82,0821,4963 82,1191,4964 82,1571,4965 82,1941,4966 82,2321,4967 82,2691,4968 82,3071,4969 82,3441,4970 82,3811,4971 82,4191,4972 82,4561,4973 82,4941,4974 82,5311,4975 82,5691,4976 82,6061,4977 82,6431,4978 82,6811,4979 82,7181,4980 82,7551,4981 82,7931,4982 82,8301,4983 82,8671,4984 82,9051,4985 82,9421,4986 82,9791,4987 83,0161,4988 83,0541,4989 83,091 | 1,3420 6,1651,3421 6,2311,3422 6,2981,3423 6,3651,3424 6,4321,3425 6,4981,3426 6,5651,3427 6,6321,3428 6,6981,3429 6,7651,3430 6,8311,3431 6,8981,3432 6,9641,3433 7,0311,3434 7,0971,3435 7,1641,3436 7,2301,3437 7,2961,3438 7,3621,3439 7,4291,3440 7,4951,3441 7,5611,3442 7,6271,3443 7,6931,3444 7,7591,3445 7,8251,3446 7,8911,3447 7,9571,3448 8,0231,3449 8,0891,3450 8,1551,3451 8,2211,3452 8,2871,3453 8,3521,3454 8,4181,3455 8,4841,3456 8,5501,3457 8,6151,3458 8,6811,3459 8,7461,3460 8,8121,3461 8,8781,3462 8,9431,3463 9,0081,3464 9,0741,3665 21,5991,3666 21,6581,3667 21,7181,3668 21,7771,3669 21,8361,3670 21,8961,3671 21,9551,3672 22,0141,3673 22,0731,3674 22,1321,3675 22,1921,3676 22,2511,3677 22,3101,3678 22,3691,3679 22,4281,3680 22,4871,3681 22,5461,3682 22,6051,3683 22,6641,3684 22,7231,3685 22,7811,3686 22,8401,3687 22,8991,3688 22,9581,3689 23,0171,3690 23,0751,3691 23,1341,3692 23,1931,3693 23,2511,3694 23,3101,3695 23,3691,3696 23,4271,3697 23,4861,3698 23,5441,3699 23,6031,3700 23,6611,3701 23,7201,3702 23,7781,3703 23,8361,3704 23,8951,3705 23,9531,3706 24,0111,3707 24,0701,3708 24,1281,3709 24,1861,3710 24,2441,3711 24,3021,3712 24,3611,3713 24,4191,3714 24,4771,3715 24,5351,3716 24,5931,3717 24,6511,3718 24,7091,3719 24,7671,3940 36,9701,3941 37,0231,3942 37,0751,3943 37,1281,3944 37,1801,3945 37,2331,3946 37,2861,3947 37,3381,3948 37,3911,3949 37,4431,3950 37,4951,3951 37,5481,3952 37,6001,3953 37,6531,3954 37,7051,3955 37,7571,3956 37,8101,3957 37,8621,3958 37,9141,3959 37,9671,3960 38,0191,3961 38,0711,3962 38,1231,3963 38,1751,3964 38,2281,3965 38,2801,3966 38,3321,3967 38,3841,3968 38,4361,3969 38,4881,3970 38,5401,3971 38,5921,3972 38,6441,3973 38,6961,3974 38,7481,3975 38,8001,3976 38,8521,3977 38,9041,3978 38,9551,3979 39,0071,3980 39,0591,3981 39,1111,3982 39,1631,3983 39,2141,3984 39,2661,3985 39,3181,3986 39,3701,3987 39,4211,3988 39,4731,3989 39,5251,3990 39,5761,3991 39,6281,3992 39,6791,3993 39,7311,3994 39,7821,4215 50,6911,4216 50,7381,4217 50,7861,4218 50,8331,4219 50,8801,4220 50,9281,4221 50,9751,4222 51,0221,4223 51,0691,4224 51,1161,4225 51,1641,4226 51,2111,4227 51,2581,4228 51,3051,4229 51,3521,4230 51,3991,4231 51,4461,4232 51,4931,4233 51,5401,4234 51,5871,4235 51,6341,4236 51,6811,4237 51,7281,4238 51,7751,4239 51,8221,4240 51,8691,4241 51,9161,4242 51,9631,4243 52,0101,4244 52,0571,4245 52,1041,4246 52,1501,4247 52,1971,4248 52,2441,4249 52,2911,4250 52,3381,4251 52,3841,4252 52,4311,4253 52,4781,4254 52,5241,4255 52,5711,4256 52,6181,4257 52,6641,4258 52,7111,4259 52,7581,4260 52,8041,4261 52,8511,4262 52,8971,4263 52,9441,4264 52,9901,4265 53,0371,4266 53,0831,4267 53,1301,4268 53,1761,4269 53,2231,4490 63,1081,4491 63,1521,4492 63,1951,4493 63,2381,4494 63,2811,4495 63,3241,4496 63,3671,4497 63,4101,4498 63,4531,4499 63,4961,4500 63,5391,4501 63,5821,4502 63,6251,4503 63,6681,4504 63,7111,4505 63,7541,4506 63,7971,4507 63,8401,4508 63,8821,4509 63,9251,4510 63,9681,4511 64,0111,4512 64,0541,4513 64,0971,4514 64,1391,4515 64,1821,4516 64,2251,4517 64,2681,4518 64,3111,4519 64,3531,4520 64,3961,4521 64,4391,4522 64,4811,4523 64,5241,4524 64,5671,4525 64,6091,4526 64,6521,4527 64,6951,4528 64,7371,4529 64,7801,4530 64,8231,4531 64,8651,4532 64,9081,4533 64,9501,4534 64,9931,4535 65,0351,4536 65,0781,4537 65,1201,4538 65,1631,4539 65,2051,4540 65,2481,4541 65,2901,4542 65,3331,4543 65,3751,4544 65,4171,4765 74,4801,4766 74,5201,4767 74,5601,4768 74,5991,4769 74,6391,4770 74,6781,4771 74,7181,4772 74,7581,4773 74,7971,4774 74,8371,4775 74,8761,4776 74,9161,4777 74,9561,4778 74,9951,4779 75,0351,4780 75,0741,4781 75,1141,4782 75,1531,4783 75,1931,4784 75,2321,4785 75,2721,4786 75,3111,4787 75,3501,4788 75,3901,4789 754291,4790 754691,4791 75,5081,4792 75,5471,4793 75,5871,4794 75,6261,4795 75,6661,4796 75,7051,4797 75,7441,4798 75,7841,4799 75,8231,4800 75,8621,4801 75,9011,4802 75,9411,4803 75,9801,4804 76,0191,4805 76,0581,4806 76,0981,4807 76,1371,4808 76,1761,4809 76,2151,4810 76,2541,4811 76,2941,4812 76,3331,4813 76,3721,4814 76,4111,4815 76,4501,4816 76,4891,4817 76,5281,4818 76,5671,4819 76,6071,4990 83,1281,4991 83,1651,4992 83,2021,4993 83,2401,4994 83,2771,4995 83,3141,4996 83,3511,4997 83,3881,4998 83,4251,4999 83,4631,5000 83,5001,5001 83,5371,5002 83,5741,5003 83,6111,5004 83,6481,5005 83,6851,5006 83,7221,5007 83,7591,5008 83,7961,5009 83,8331,5010 83,8701,5011 83,9071,5012 83,9441,5013 83,9811,5014 84,0181,5015 84,0551,5016 84,0921,5017 84,1291,5018 84,1661,5019 84,203 | 1,3465 9,1391,3466 9,2051,3467 9,2701,3468 9,3351,3469 9,4001,3470 9,4661,3471 9,5311,3472 9,5961,3473 9,6611,3474 9,7261,3475 9,7911,3476 9,8561,3477 9,9211,3478 9,9861,3479 10,0511,3480 10,1161,3481 10,1811,3482 10,2461,3483 10,3111,3484 10,3751,3485 10,4401,3486 10,5051,3487 10,5701,3488 10,6341,3489 10,6991,3490 10,7631,3491 10,8281,3492 10,8921,3493 10,9571,3494 11,0211,3495 11,0861,3496 11,1501,3497 11,2151,3498 11,2791,3499 11,3431,3500 11,4071,3501 11,4721,3502 11,5361,3503 11,6001,3504 11,6641,3505 11,7281,3506 11,7921,3507 11,8561,3508 11,9201,3509 11,9841,3720 24,8251,3721 24,8831,3722 24,9411,3723 24,9981,3724 25,0561,3725 25,1141,3726 25,1721,3727 25,2301,3728 25,2871,3729 25,3451,3730 25,4031,3731 25,4601,3732 25,5181,3733 25,5761,3734 25,6331,3735 25,6911,3736 25,7481,3737 25,8061,3738 25,8631,3739 25,9211,3740 25,9781,3741 26,0351,3742 26,0931,3743 26,1501,3744 26,2071,3745 26,2651,3746 26,3221,3747 26,3791,3748 26,4361,3749 26,4931,3750 26,5511,3751 26,6081,3752 26,6651,3753 26,7221,3754 26,7791,3755 26,8361,3756 26,8931,3757 26,9501,3758 27,0071,3759 27,0641,3760 27,1211,3761 27,1781,3762 27,2341,3763 27,2911,3764 27,3481,3765 27,4051,3766 27,4621,3767 27,5181,3768 27,5751,3769 27,6321,3770 27,6881,3771 27,7451,3772 27,8021,3773 27,8581,3774 27,9151,3995 39,8341,3996 39,8851,3997 39,9371,3998 39,9881,3999 40,0401,4000 40,0911,4001 40,1421,4002 40,1941,4003 40,2451,4004 40,2961,4005 40,3481,4006 40,3991,4007 40,4501,4008 40,5011,4009 40,5531,4010 40,6041,4011 40,6551,4012 40,7061,4013 40,7571,4014 40,8081,4015 40,8601,4016 40,9111,4017 40,9621,4018 41,0131,4019 41,0641,4020 41,1151,4021 41,1661,4022 41,2171,4023 41,2681,4024 41,3181,4025 41,3691,4026 41,4201,4027 41,4711,4028 41,5221,4029 41,5731,4030 41,6231,4031 41,6741,4032 41,7251,4033 41,7761,4034 41,8261,4035 41,8771,4036 41,9281,4037 41,9781,4038 42,0291,4039 42,0801,4040 42,1301,4041 42,1811,4042 42,2311,4043 42,2821,4044 42,3321,4045 42,3831,4046 42,4331,4047 42,4841,4048 42,5341,4049 42,5851,4270 53,2691,4271 53,3161,4272 53,3621,4273 53,4081,4274 53,4551,4275 53,5011,4276 53,5481,4277 53,5941,4278 53,6401,4279 53,6861,4280 53,7331,4281 53,7791,4282 53,8251,4283 53,8711,4284 53,9181,4285 53,9641,4286 54,0101,4287 54,0561,4288 54,1021,4289 54,1481,4290 54,1941,4291 54,2411,4292 54,2871,4293 54,3331,4294 54,3791,4295 54,4251,4296 54,4711,4297 54,5171,4298 54,5631,4299 54,6091,4300 54,6551,4301 54,7011,4302 54,7461,4303 54,7921,4304 54,8381,4305 54,8841,4306 54,9301,4307 54,9761,4308 55,0221,4309 55,0671,4310 55,1131,4311 55,1591,4312 55,2051,4313 55,2501,4314 55,2961,4315 55,3421,4316 55,3881,4317 55,4331,4318 55,4791,4319 55,5241,4320 55,5701,4321 55,6161,4322 55,6611,4323 55,7071,4324 55,7521,4545 65,4601,4546 65,5021,4547 65,5441,4548 65,5871,4549 65,6291,4550 65,6721,4551 65,7141,4552 65,7561,4553 65,7981,4554 65,8411,4555 65,8831,4556 65,9251,4557 65,9671,4558 66,0101,4559 66,0521,4560 66,0941,4561 66,1361,4562 66,1781,4563 66,2211,4564 66,2631,4565 66,3051,4566 66,3471,4567 66,3891,4568 66,4311,4569 66,4731,4570 66,5151,4571 66,5571,4572 66,5991,4573 66,6411,4574 66,6831,4575 66,7251,4576 66,7671,4577 66,8091,4578 66,8511,4579 66,8931,4580 66,9351,4581 66,9771,4582 67,0191,4583 67,0611,4584 67,1031,4585 67,1451,4586 67,1861,4587 67,2281,4588 67,2701,4589 67,3121,4590 67,3541,4591 67,3961,4592 67,4371,4593 67,4791,4594 67,5211,4595 67,5631,4596 67,6041,4597 67,6461,4598 67,6881,4599 67,7291,4820 76,6461,4821 76,6851,4822 76,7241,4823 76,7631,4824 76,8021,4825 76,8411,4826 76,8801,4827 76,9191,4828 76,9581,4829 76,9971,4830 77,0361,4831 77,0751,4832 77,1131,4833 77,1521,4834 77,1911,4835 77,2301,4836 77,2691,4837 77,3081,4838 77,3471,4839 77,3861,4840 77,4251,4841 77,4631,4842 77,5021,4843 77,5411,4844 77,5801,4845 77,6191,4846 77,6571,4847 77,6961,4848 77,7351,4849 77,7741,4850 77,8121,4851 77,8511,4852 77,8901,4853 77,9281,4854 77,9671,4855 78,0061,4856 78,0451,4857 78,0831,4858 78,1221,4859 78,1601,4860 78,1991,4861 78,2381,4862 78,2761,4863 78,3151,4864 78,3531,4865 78,3921,4866 78,4311,4867 78,4691,4868 78,5081,4869 78,5461,4870 78,5851,4871 78,6231,4872 78,6621,4873 78,7001,4874 78,7391,5020 84,2401,5021 84,2771,5022 84,3141,5023 84,3511,5024 84,3881,5025 84,4241,5026 84,4611,5027 84,4981,5028 84,5351,5029 84,5721,5030 84,6091,5031 84,6451,5032 84,6821,5033 84,7191,5034 84,7561,5035 84,7921,5036 84,8291,5037 84,8661,5038 84,9031,5039 84,9391,5040 84,9761,5041 85,0131,5042 85,0491,5043 85,0861,5044 85,1231,5045 85,1591,5046 85,1961,5047 85,2331,5048 85,2691,5049 85,306 | 1,3510 12,0481,3511 12,1121,3512 12,1761,3513 12,2401,3514 12,3041,3515 12,3681,3516 12,4311,3517 12,4951,3518 12,5591,3519 12,6231,3520 12,6861,3521 12,7501,3522 12,8131,3523 12,8771,3524 12,9401,3525 13,0041,3526 13,0671,3527 13,1311,3528 13,1941,3529 13,2581,3530 13,3211,3531 13,3841,3532 13,4481,3533 13,5111,3534 13,5741,3535 13,6371,3536 13,7001,3537 13,7631,3538 13,8261,3539 13,8901,3540 13,9531,3541 14,0161,3542 14,0791,3543 14,1411,3544 14,2041,3545 14,2671,3546 14,3301,3547 14,3931,3548 14,4561,3549 14,5181,3550 14,5811,3551 14,6441,3552 14,7071,3553 14,7691,3554 14,8321,3775 27,9711,3776 28,0281,3777 28,0841,3778 28,1411,3779 28,1971,3780 28,2531,3781 28,3101,3782 28,3661,3783 28,4221,3784 28,4791,3785 28,5351,3786 28,5911,3787 28,6481,3788 28,7041,3789 28,7601,3790 28,8161,3791 28,8721,3792 28,9281,3793 28,9841,3794 29,0401,3795 29,0961,3796 29,1521,3797 29,2081,3798 29,2641,3799 29,3201,3800 29,3761,3801 29,4321,3802 29,4881,3803 29,5441,3804 29,6001,3805 29,6551,3806 29,7111,3807 29,7671,3808 29,8231,3809 29,8781,3810 29,9341,3811 29,9891,3812 30,0451,3813 30,1011,3814 30,1561,3815 30,2121,3816 30,2671,3817 30,3231,3818 30,3781,3819 30,4341,3820 30,4891,3821 30,5441,3822 30,6001,3823 30,6551,3824 30,7111,3825 30,7661,3826 30,8211,3827 30,8761,3828 30,9321,3829 30,9871,4050 42,6351,4051 42,6851,4052 42,7361,4053 42,7861,4054 42,8361,4055 42,8871,4056 42,9371,4057 42,9871,4058 43,0371,4059 43,0881,4060 43,1381,4061 43,1881,4062 43,2381,4063 43,2881,4064 43,3381,4065 43,3881,4066 43,4391,4067 43,4891,4068 43,5391,4069 43,5891,4070 43,6391,4071 43,6891,4072 43,7391,4073 43,7891,4074 43,8381,4075 43,8881,4076 43,9381,4077 43,9881,4078 44,0381,4079 44,0881,4080 44,1381,4081 44,1871,4082 44,2371,4083 44,2871,4084 44,3371,4085 44,3861,4086 44,4361,4087 44,4861,4088 44,5351,4089 44,5851,4090 44,6351,4091 44,6841,4092 44,7341,4093 44,7831,4094 44,8331,4095 44,8821,4096 44,9321,4097 44,9811,4098 45,0311,4099 45,0801,4100 45,1301,4101 45,1791,4102 45,2281,4103 45,2781,4104 45,3271,4325 55,7981,4326 55,8441,4327 55,8891,4328 55,9351,4329 55,9801,4330 56,0261,4331 56,0711,4332 56,1161,4333 56,1621,4334 56,2071,4335 56,2531,4336 56,2981,4337 56,3431,4338 56,3891,4339 56,4341,4340 56,4791,4341 56,5251,4342 56,5701,4343 56,6151,4344 56,6601,4345 56,7061,4346 56,7511,4347 56,7961,4348 56,8411,4349 56,8871,4350 56,9321,4351 56,9771,4352 57,0221,4353 57,0671,4354 57,1121,4355 57,1571,4356 57,2021,4357 57,2471,4358 57,2921,4359 57,3371,4360 57,3821,4361 57,4271,4362 57,4721,4363 57,5171,4364 57,5621,4365 57,6071,4366 57,6521,4367 57,6971,4368 57,7421,4369 57,7871,4370 57,8321,4371 57,8771,4372 57,9211,4373 57,9661,4374 58,0111,4375 58,0561,4376 58,1011,4377 58,1451,4378 58,1901,4379 58,2351,4600 67,7711,4601 67,8131,4602 67,8541,4603 67,8961,4604 67,9381,4605 67,9791,4606 68,0211,4607 68,0631,4608 68,1041,4609 68,1461,4610 68,1871,4611 68,2291,4612 68,2701,4613 68,3121,4614 68,3531,4615 68,3951,4616 68,4361,4617 68,4781,4618 68,5191,4619 68,5611,4620 68,6021,4621 68,6431,4622 68,6851,4623 68,7261,4624 68,7681,4625 68,8091,4626 68,8501,4627 68,8921,4628 68,9331,4629 68,9741,4630 69,0161,4631 69,0571,4632 69,0981,4633 69,1391,4634 69,1811,4635 69,2221,4636 69,2631,4637 69,3041,4638 69,3461,4639 69,3871,4640 69,4281,4641 69,4691,4642 69,5101,4643 69,5511,4644 69,5931,4645 69,6341,4646 69,6751,4647 69,7161,4648 69,7571,4649 69,7981,4650 69,8391,4651 69,8801,4652 69,9211,4653 69,9621,4654 70,0031,4875 78,7771,4876 78,8161,4877 78,8541,4878 78,8921,4879 78,9311,4880 78,9691,4881 79,0081,4882 79,0461,4883 79,0841,4884 79,1231,4885 79,1611,4886 79,1991,4887 79,2381,4888 79,2761,4889 79,3141,4890 79,3531,4891 79,3911,4892 79,4291,4893 79,4681,4894 79,5061,4895 79,5441,4896 79,5821,4897 79,6201,4898 79,6591,4899 79,6971,4900 79,7351,4901 79,7731,4902 79,8111,4903 79,8501,4904 79,8881,4905 79,9261,4906 79,9641,4907 80,0021,4908 80,0401,4909 80,0781,4910 80,1161,4911 80,1541,4912 80,1921,4913 80,2311,4914 80,2691,4915 80,3071,4916 80,3451,4917 80,3831,4918 80,4211,4919 80,4591,4920 80,4971,4921 80,5341,4922 80,5721,4923 80,6101,4924 80,6481,4925 80,6861,4926 80,7241,4927 80,7621,4928 80,8001,4929 80,8381,5050 85,3431,5051 85,3791,5052 85,4161,5053 85,4521,5054 85,4891,5055 85,5251,5056 85,5621,5057 85,5981,5058 85,6351,5059 85,6721,5060 85,7081,5061 85,7441,5062 85,7811,5063 85,8171,5064 85,8541,5065 85,8901,5066 85,9271,5067 85,9631,5068 86,0001,5069 86,0361,5070 86,0721,5071 86,1091,5072 86,1451,5073 86,1821,5074 86,2181,5075 86,2541,5076 86,2911,5077 86,3271,5078 86,3631,5079 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°С с 0 линия на Na. Brix (% маса на захарозата) е постигнат чрез измерване при 20°С на въздуха при 760 Тorr (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 посочения метод.

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

а) полубяла захар;

б) захар или бяла захар;

в) рафинирана бяла захар или екстра бяла захар.

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

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°С;

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°С 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°С;

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°С за 30 минути; охлажда се в ексикатора (т. 4.4) и се претегля с точност до 0,1 mg; действието се повтаря, ако 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 сушeне като процент от масата на пробата се определя от следната формула:

$$ \frac{\left(m\_{0}-m\_{1}\right)}{m\_{0}} x 100;$$

където:

*m0* е първоначалната маса на анализираната част в g;

*m1* – 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 посочения метод.

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

а) глюкозен сироп;

б) дехидратиран глюкозен сироп;

в) декстроза монохидрат;

г) безводна декстроза.

3. Принцип: остатъчната маса на частта за анализ се определя след изгаряне в окисляваща атмосфера при 525°С 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°С = 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°С;

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 й 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°С, 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:

$$S=\frac{m\_{1}}{m\_{0}} x 100;$$

където:

*m1* е масата на пепелта в g;

*m0* – 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. Сярната 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. Ако 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 посочения метод.

2. Предмет и приложение: чрез метода се определя съдържанието на редуцираща захар, изразено като инвертна захар в полубяла 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 (CuSO4.5H2O) 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; KNaC4H4O6.4H2O) 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:

$$\frac{V\_{1}}{10 x m\_{0}} ;$$

където:

*V1* е количеството йоден разтвор (т. 4.3) след корекцията, изразено в ml;

*m0* – 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 посочения метод.

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

а) захар или бяла захар;

б) 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 (CuSO4.5H2O) 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 (ζ = 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 захаромер, отчитащи с 200 mm епруветка; показанието трябва да бъде 11,80 ± 0,05°S (виж т. 7). Пипетират се 200 ml от този разтвор в градуирана колба от 2 000 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 2 000 ml, за да се получи 1 g/100 ml разтвор на инвертна захар; този разтвор трябва да има рН 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 *V0*; 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 *V0*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 °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°С).

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 посочения метод.

2. Обхват и област на приложение: по метода 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 (Zn(CH3COO)2.2H2O) (или 24 g цинков ацетат трихидрат (Zn(CH3COO)2.3H2O) 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 K4[Fe(CN)6].3H2O 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 (CuSO4.5H2O) в 100 ml вода;

4.3.2. разтвор на лимонена киселина: разтварят се 50 g монохидрат на лимонената киселина (С6Н8О7.Н2О) в 50 ml вода;

4.3.3. разтвор на натриев карбонат: разтварят се 143,8 g безводен натриев карбонат (Na2CO3) 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 1 000 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 ; Na2CO3 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 суспенсия 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; ако 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 разредения реактив в 25 ml 0,1 mol/L солна киселина (т. 4.11) и се загряват 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 разредения реактив (т. 5.1.2) с 0,1 mol/L солна киселина (т. 4.11), като за индикатор се използва фенолфталеин (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. рН на реактива на Лъф - Скурл е между 9,3 и 9,4 при 20°С;

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 (ако 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 Na2S2O3 | Глюкоза, фруктоза, инвертни захари C6H12O6 |
| ml | mg | разлика |
| 1234567891011121314151617181920212223 | 2,44,87,29,712,214,717,219,822,425,027,630,333,035,738,541,344,247,150,053,056,059,162,2 | 2,42,42,52,52,52,52,62,62,62,62,72,72,72,82,82,92,92,93,03,03,13,1 |

Приложение № 9

към чл. 9, ал. 1, т. 3

**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 посочения метод.

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

а) разтвор на захар;

б) разтвор на бяла захар;

в) разтвор на инвертна захар;

г) разтвор на бяла инвертна захар;

д) инвертен захарен сироп;

е) 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 (CuSO4.5H2O) във вода и се долива до 1 000 ml;

4.1.2. разтвор Б: разтварят се 346,0 g двоен натриево-калиев тартарат тетрахидрат (KNaC4H4O6.4H2O) и 100 g натриев хидроксид във вода и се долива до 1 000 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 (ζ = 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°±0,05°S (виж т. 7); пипетират се 200 ml от този разтвор в градуирана колба от 2 000 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 2 000 ml, за да се получи 1 g/100 ml разтвор на инвертна захар; този разтвор трябва да има рН 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°С; съдържанието на тази колба се прехвърля в градуирана колба от 1 000 ml и се разрежда до отметката с вода отново при 20°С;

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

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

4.6. бюрета 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, 1 000 и 2 000 ml;

4.9. подгряващо устройство, подходящо за поддържане на кипене 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;

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 й се нагрява 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 *V0* се получава между 39,0 и 41,0 ml; когато *V0* 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. ако 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 = *V1*.

6. Изразяване на резултатите:

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

$$\frac{V\_{0} x 25 x f}{C\_{0} x V\_{1}};$$

където:

*С* е концентрацията на разтвора на изпитваната проба в g на 100 ml;

*V0* – обемът в ml на стандартния инвертен разтвор, използван при стандартизационното титруване;

*V1* – обемът в ml на разтвора на изпитваната проба, използван при точния анализ в т. 6.4.2;

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

|  |  |
| --- | --- |
| Захароза (g в кипяща смес) | Корекционен коефициент *f* |
| 00,51,01,52,02,53,03,54,04,55,05,56,06,57,07,58,08,59,09,510,0 | 1,0000,9820,9710,9620,9540,9460,9390,9320,9260,9200,9150,9100,9040,8980,8930,8880,8830,8780,8740,8690,864 |

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, описан в 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°С).

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 посочения метод, изразено като безводна декстроза (D-глюкоза) 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 този метод се определя декстрозен еквивалент на:

а) глюкозен сироп;

б) дехидратиран глюкозен сироп;

в) декстроза монохидрат;

г) безводна декстроза.

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: разтварят се 69,3 g меден II сулфат пентахидрат (CuSO4.5H2O) във вода и се долива до обема в мерителна колба от 1 000 ml;

4.1.2. разтвор Б: разтварят се 346,0 g двоен натриев калиев тартарат тетрахидрат (KNaC4H4O6.4H2O) и 100 g натриев хидроксид във вода; долива се до отметката в мерителна колба от 1 000 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 декстроза (D-глюкоза) (C6H12O6): това вещество трябва да се изсуши преди използване във вакуумна сушилня при 100±1°С или по-ниска температура в продължение на 4 часа и вътрешно налягане приблизително 10 kРа (103 mbar);

4.3. стандартен разтвор на декстроза, 0,600 g/100 ml: претегля се с точност до 0,1 mg 0,6 g безводна декстроза (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: разтварят 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. подгряващо 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 подгряващото устройство (т. 4.9), настроено преди това така, че кипенето да започне след 120±15 секунди; подгряващото 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, вкл. предпоследното добавено количество от 0,5 ml (*Х* 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 (*Х* – 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 (*V0* ml) на стандартния декстрозен разтвор, използван до еквивалентния пункт на крайното титруване (виж забележка 4);

5.1.13. *V0* трябва да е между 19,0 и 21,0 ml от стандартния декстрозен разтвор (т. 4.3); ако *V0* 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 *V0* е известна с точност, при всекидневното стандартизиране на смесения разтвор на Фелинг е необходимо само едно титруване, като се използва първоначално добавяне на (*V0* - 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 менискуса 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 непряка 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 *V0* 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 й 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 т. 5.1.2, като се използва разтворът на пробата (т. 5.2.2) вместо стандартен декстрозен разтвор;

5.2.4. както т. 5.1.1;

5.2.5. както 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 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:

$$\frac{60 x V\_{0}}{Y x Z};$$

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 декстроза (D-глюкоза), като в изчислението се използва или приблизителното число за редуциращата способност (т. 1.1), или приблизителното число, получено в 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 т. 5.1.1;

5.5.2. напълва се бюретата (т. 4.6) с разтвора за анализ (т. 5.4) и се коригира менискусът 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 т. 5.1.4;

5.5.5. както т. 5.1.5;

5.5.6. както т. 5.1.6;

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

5.5.8. както т. 5.1.8;

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

5.5.10. както т. 5.1.10;

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

5.5.12. записва се обемът (*V1*) на разтвора за анализ, използван до еквивалентния пункт на крайното титруване;

5.5.13. *V1* трябва да е между 19,0 и 21,0 ml; ако *V1* 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, описан в 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:

$$\frac{300 x V\_{0}}{V\_{1} x M};$$

където:

*V0* е обемът в ml на стандартен декстрозен разтвор (т. 4.3), използван при стандартизационното титруване (т. 5.1);

*V1* – обемът в ml на разтвора за анализ (т. 5.4), използван при определящото титруване (т. 5.5);

*М* – 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:

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

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 повторяемост (т. 6.2) е изпълнено;

6.2. 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 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 епруветка с дължина 200 mm.

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

а) полубяла захар;

б) захар или бяла захар;

в) 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 1 000 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°С; 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°С; 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 ±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±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±0,1°С.

5. Начин на работа:

5.1. приготвяне на разтвора: претеглят се колкото е възможно по-бързо 26±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±0,1°С, 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±1°С:

5.2.1. апаратът се нулира;

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

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±0,1°С 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°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°S; за превръщане на ъгловите градуси в градуси S се използва следната формула:

1°S = ъглови градуси x 2,889;

6.2. повторяемост: 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°S.