

İNSAN TÜKETİMİNE SUNULAN ŞEKERLERİN ANALİZ YÖNTEMLERİ TEBLİĞİ (TEBLİĞ NO:2002/26)

Amaç

Madde 1- Bu Tebliğin amacı; insan tüketimine sunulan şekerlerin analiz yöntemlerini belirlemektir.

Kapsam

Madde 2- Bu Tebliğ, şeker veya beyaz şeker, yarı beyaz şeker, rafine şeker, şeker çözeltisi, beyaz şeker çözeltisi, invert /indirgen şeker çözeltisi, beyaz invert şeker çözeltisi, invert şeker şurubu, beyaz invert şeker şurubu, glukoz şurubu, kurutulmuş glukoz şurubu, dekstroz monohidrat, susuz dekstroz'un analiz yöntemlerini kapsar.

Hukuki Dayanak

Madde 3- Bu Tebliğ 16/11/1997 tarihli ve 23172 mükerrer sayılı Resmi Gazete'de yayımlanan Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği'ne göre hazırlanmıştır.

Analiz Yöntemleri

Madde 4- Analiz yöntemleri, genel ilkeleri Ek-1'e uygun olarak aşağıdaki şekilde uygulanır;

a)Yarı beyaz şeker, şeker veya beyaz şeker, rafine şekerde kurutma kaybı tayini Ek-2'deki 1 inci yönteme göre yapılır.

b)Glukoz şurubu, kurutulmuş glukoz şurubu, dekstroz monohidrat, susuz dekstroz'un kuru madde tayini (vakumlu etüv yöntemi) Ek-2'deki 2 .yönteme göre yapılır.

c) Şeker çözeltisi, beyaz şeker çözeltisi, invert şeker çözeltisi, beyaz invert şeker çözeltisi, invert şeker şurubu veya beyaz invert şeker şurubunda suda çözünen kuru madde tayini (refraktometrik yöntem) Ek-2'deki 3 üncü yönteme göre yapılır.

d)Yarı beyaz şekerde, invert şeker olarak açıklanan indirgen şekerin miktarının tayini (Berlin Enstitüsü yöntemi) Ek-2'deki 4 üncü yönteme göre yapılır.

e)Şeker veya beyaz şeker ve rafine şekerde, invert şeker olarak açıklanan indirgen şeker miktarının tayini (Knight and Allen yöntemi) Ek-2'deki 5 inci yönteme göre yapılır.

f)Şeker çözeltisi, beyaz şeker çözeltisi, invert şeker çözeltisi, beyaz invert şeker çözeltisi, invert şeker şurubu, beyaz invert şeker şurubu'da invert şeker olarak açıklanan indirgen şekerin miktar tayini (Luff-Schoorl yöntemi) Ek-2'deki 6 ncı veya 7 nci yönteme göre yapılır.

g)Glukoz şurubu ve kurutulmuş glukoz şurubunda dekstroz eşdeğeri olarak kuru maddede hesaplanmış ve açıklanmış indirgen şekerin miktarının tayini, dekstroz monohidrat ve susuz dekstrozda D-glukoz olarak açıklanan indirgen şekerin miktarının tayini Ek-2'deki 6 ncı yönteme göre yapılır.

h)Şeker çözeltisi, beyaz şeker çözeltisi, invert şeker çözeltisi, beyaz invert şeker çözeltisi, invert şeker şurubu, beyaz invert şeker şurubunda invert şeker olarak açıklanan indirgen şekerlerin tayini (Lane and Eynon sabit hacim düzenlenmesi yöntemi) Ek-2'deki 7 inci yönteme göre yapılır.

i)Glukoz şurubu, kurutulmuş glukoz şurubu, dekstroz monohidrat, susuz dekstrozda dekstroz eşdeğerinin tayini (Lane and Eynon sabit hacim yöntemi) Ek-2'deki 8 inci yönteme göre yapılır.

j)Glukoz şurubu, kurutulmuş glukoz şurubu, dekstroz monohidrat, susuz dekstrozda sülfat külünün tayini Ek-2'deki 9 uncu yönteme göre yapılır.

k)Yarı-beyaz şeker, şeker veya beyaz şeker ve rafine şekerde polarizasyonun tayini Ek-2'deki 10 uncu yönteme göre yapılır.

Avrupa Birliğine Uyum

Madde 5- Bu Tebliğ, 79/796/ECC sayılı "İnsan tüketimine sunulan şekerlerin analiz yöntemleri" Komisyon Direktifi dikkate alınarak Avrupa Birliği'ne uyum çerçevesinde hazırlanmıştır. Bu Tebliğ, laboratuvarların ilgili mevzuatlarına uygun denenmiş ve bilimsel geçerliliği olan yöntemleri kullanmasını engellemez. Avrupa Birliği ile olan ilişkilerde zorunlu olarak uygulanır.

Geçici Madde 1- Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan analiz yöntemlerini kullanan laboratuvarlar 1 yıl içerisinde bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadırlar.

Yürürlük

Madde 6-Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

Madde 7- Bu Tebliğ hükümlerini Sağlık Bakanı ve Tarım ve Köyişleri Bakanı yürütür.

Ek - 1

Genel İlkeler

1. Numunenin Analize Hazırlanması:

Analiz için kullanılacak laboratuvar numunesinden 200 g örnek alınır. Örnek, temiz, kuru ve nem almayacak şekilde ağız sıkıca kapatılabilen bir kaba konur.

2. Reaktifler:

2.1. Metinde kullanılan su terimi, destile su veya eşit saflıktaki demineralize suyu tanımlamaktadır.

2.2. Reaktifler, daha farklı bir nitelendirme yapılmamışsa, sulu çözeltiyi tanımlamaktadır.

2.3. Aksi belirtilmedikçe bütün reaktifler analitik saflıkta olmalıdır.

3. Sonuçların Açıklanması:

Cihaz ve malzeme tanımı, özel koşul gerektiren cihaz ve malzemeler için yapılır.

4. Sonuçların Açıklanması:

Resmi analiz raporunda belirtilen sonuç, en az iki paralel anlamlı analizin ortalama değeri olmalıdır. Aksi belirtilmedikçe sonuçlar, laboratuvara gelen orijinal numunenin kütlece yüzdesi şeklinde verilir. Sonuçlarda virgülden sonraki basamak sayısı yöntemin duyarlılığına göre belirtilir.

Ek - 2

Analiz Yöntemleri

Yöntem 1: Kurutma Kaybı Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntem, yarı beyaz şeker, şeker veya beyaz şeker, rafine şekerde kurutma kaybını kapsar.

2. Tanım:

Kurutma kaybı; bir maddenin kurutma ile ortaya çıkan kütle kaybı miktarının belirtilen yöntemle saptanmasıdır.

3. Prensip:

Kurutma kaybı 103 ± 2 °C sıcaklıkta kurutularak saptanır.

4. Sonuçların Açıklanması:

4.1. Analitik terazi; 0.1 mg duyarlılıkta tartım yapabilen,

4.2. Etüv; uygun havalandırmalı, termostatlı ve 103 ± 2 °C'a ayarlanabilen,

4.3. Tartım kabı: metal, düz tabanlı, en az 100 mm çapta ve 30 mm derinlikte, örneklerle ve analiz koşullarına dayanıklı malzemeden yapılmış,

4.4. Desikatör; yeni aktive edilmiş silika jel veya dengi nem çekici bir madde ve nemi belirleyici indikatör içeren.

5. İşlem:

5.3 ve 5.7'de belirtilen işlemler örnek kabı açıldıktan hemen sonra yapılmalıdır.

5.1. Tartım kabı 103 ± 2 °C'daki etüvde sabit ağırlığa getirilir.

5.2. Desikatörde 30-35 dakika soğutulur ve 0.1 mg duyarlılıkta tartılır.

5.3. Kaba, yaklaşık 20 – 30 g örnek, 0.1 mg duyarlılıkta tartılır.

5.4. Örnek etüvde 103 ± 2 °C'da 3 saat bekletilir.

5.5. Desikatörde soğutulur ve 0.1 mg duyarlılıkla tartılır.

5.6. Kap 103 ± 2 °C'da 30 dakika bekletilir, desikatörde soğutulup, 0.1 mg duyarlılıkla tartılır. Bu işlem, iki tartım arasındaki fark 1 mg'dan fazla ise tekrarlanır. Kütlede bir artış gözlenirse hesaplamada en düşük okuma kullanılır.

5.7. Toplam kurutma zamanı 4 saati geçmemelidir.

6. Sonuçların Açıklanması:

6.1. Formül ve hesaplama yöntemi:

Kurutma kaybı, kütlece yüzde olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$\frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

m_0 : Örnek miktarı, g

m_1 : Örneğin kurutmadan sonraki kütlesi, g

6.2. Tekrarlanabilirlik:

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı zaman diliminde veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 0.02 g'ı geçmemelidir.

Yöntem 2: Kuru Madde Tayini (Vakumlu Etüv Yöntemi)

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntem, glukoz şurubu, kurutulmuş glukoz şurubu, dekstroz monohidrat ve susuz dekstrozda kuru madde miktarını belirler.

2. Tanım:

Kuru madde miktarı; açıklanan yöntemle belirlenen kuru madde miktarıdır.

3. Prensip:

Kuru madde, 70 ± 1 °C'da, 3.3 kPa (34 mbar) basınçta vakumlu etüv kullanılarak saptanır. Glukoz şurubu veya kuru glukoz şurubu numunelerinde analizi yapılacak deney örneği, kurutmadan önce su ve kizelgur ile karıştırılarak hazırlanır.

4. Reaktifler:

4.1. Kizelgur: Buchner hunisine yerleştirilir ve seyreltik HCl çözeltisi (1 litre suya yoğunluğu 20 °C'da 1,19 g/mL olan HCl'den 1mL eklenerek hazırlanır) ile tekrar tekrar yıkanarak saflaştırılır. İşleme süzüntü asidik olana kadar devam edilir. Süzüntünün pH değeri dörtten büyük olana kadar suyla yıkanır. Etüvde 103 ± 2 °C'a kurutulur ve hava geçirmeyen kapta saklanır.

5. Sonuçların Açıklanması:

5.1. Vakumlu kurutma etüvü; kaçağı olmayan, termostatlı, termometreli ve vakum manometresi bulunan etüvdür. Vakumlu kurutma etüvü raflarına yerleştirilen tartım kaplarının, ısının hızla geçişini sağlayacak şekilde dizayn edilmiş olmalıdır.

5.2. Nemi belirleyici indikatörlü ve yeni aktive edilmiş silikajel veya dengi bir nem çekici ile doldurulmuş cam kulesi bulunan hava kurutma tüneli; derişik H₂SO₄ içeren bir gaz temizleyiciyle seri halde monte edilmelidir.

5.3. Vakum pompası; etüv içinde basıncı 3.3 kPa (34 mbar) veya daha düşük düzeyde tutulabilen özellikte.

5.4. Tartım kabı: metal, düz tabanlı, örneklerce aşındırılmaya veya deney koşullarına dayanıklı en az 100mm çaplı ve 300mm derinlikte.

5.5. Cam baget: kaba uygun uzunlukta.

5.6. Desikatör: yeni aktive edilmiş silika jel veya dengi bir nem çekici içeren, nemi belirleyici indikatör bulunduran.

5.7. Analitik terazi: 0.1mg'a kadar duyarlı.

6. İşlem:

6.1. Bagetli tartım kabına yaklaşık 30 g kizelgur (4.1.) konur. Kuru madde, 70 ± 1 °C'da, 3.3 kPa'ı (34mbar) geçmeyen basınçtaki vakumlu etüvde belirlenir. En az 5 saat süreyle kurutma tünelinden etüv içine yavaş bir hava akımı sağlanarak kurutulur. Zaman zaman basınç kontrol edilir, gerekirse düzeltme yapılır.

6.2. Etüv içinde kuru hava akımı yavaşça artırılarak, atmosfer basıncı yeniden sağlanır. Tartım kabı hemen bagetle birlikte desikatöre yerleştirilir, soğutulur ve tartılır.

6.3. Analizi yapılacak örneğin 10 gramı, 100mL'lik behere 1mg duyarlılıkta tartılır.

6.4. Analiz örneği 10 mL ılık su ile seyreltilir ve baget yardımıyla tartım kabına alınır.

6.5. Analiz örneği içeren tartım kabı bagetle birlikte etüve yerleştirilir ve basınç 3.3 kPa (34mbar) veya daha altına düşürülür. 70 ± 1 °C'da yavaş bir kuru hava akımıyla kurutulur. Kurutma işlemi 20 saat sürmelidir. Kayıp miktarı ilk günün sonunda ortaya çıkmalıdır. Vakum pompasını

ayarlanmış basınçta çalıştırmak yararlı olacaktır ve kuru havanın yavaş bir akımla etüve girişi sağlanmalıdır. Bu sayede gece boyunca basınç yaklaşık 3.3 kPa (34mbar) veya daha düşük seviyede tutulur.

6.6.Etüv içinde kuru hava akımı dikkatlice artırılarak atmosfer basıncı yeniden sağlanır. Tartım kabı ve içeriği hemen desikatöre alınır, soğutulur ve 1mg duyarlılıkla tartılır.

6.7. 6.5’de belirtilen işleme bir 4 saat daha devam edilir. Etüvdeki atmosfer basıncı yeniden düzenlenir ve tartım kabı hemen desikatöre alınır, soğutulur ve tartılır. Sabit kütleye ulaşması sağlanır. Aynı tartım kabının iki tartımı arasındaki fark 2 mg’ı geçmediği zaman, sabit tartım uygun kabul edilir. Farkın daha büyük olması durumunda 6.7’deki işlem tekrarlanır.

6.8.Susuz dekstroz veya dekstroz monohidrat örneklerindeki kuru maddeyi saptamak için kizelgur ve su gerekli değildir.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve Hesaplama Yöntemi:

Kuru madde içeriği, kütlece yüzdesi olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

m_0 : Örnek miktarı, g

m_1 : Tartım kabı + bağıet + kizelgur ve kurutmadan sonra kalan örnek kütlesi, g

m_2 : Tartım kabı, bağıet ve kizelgur kütlesi, g

7.2.Tekrarlanabilirlik:

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı zaman diliminde veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g’ı için 0.12 g’ı geçmemelidir.

Yöntem 3: Suda Çözünen Kuru Maddenin Saptanması (Refraktometrik Yöntem)

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntem, şeker çözeltisi, beyaz şeker çözeltisi, invert şeker çözeltisi, beyaz invert şeker çözeltisi, invert şeker şurubu, beyaz invert şeker şurubundaki suda çözünen kuru madde miktarını belirler.

2. Tanım:

Suda çözünen kuru madde miktarı; açıklanan yöntemle belirlenen suda çözünen kuru madde miktarıdır.

3. Prensi:

Örneğin kırılma indisi 20 °C

'da saptanır ve konsantrasyonu, Tablo 1'den suda çözünen kuru maddeye çevrilir.

4. Cihazlar:

4.1.Refraktometre; virgülden sonra dört basamağa kadar okuma yapabilen, termometreli ve 20 ± 0.5 °C

'da termostatlı su banyosuna bağılı, su sirkülasyon pompası ile birlikte.

4.2. Işık kaynağı, sodyum buhar lambalı

5. İşlem:

5.1. Örnekte herhangi bir kristal varsa, 1 : 1 (kütle/kütle) oranında seyreltilerek yeniden çözülür.

5.2. 20 °C'da refraktometre ile örneğin kırılma indisi ölçülür.

6. Sonuçların Hesaplanması ve Açıklanması:

6.1. Tablo 1'den , şeker çözeltisinin 20 °C'daki kırılma indeksinden suda çözünen kuru madde miktarı hesaplanır. İnvirt şekerler için, tablo 1'den elde edilen sonuçlara, analiz edilen örneğin içerdiği her % 1'lik invert şeker için 0.022 eklenerek sonuçlar düzeltilir.

6.2. Örnek su ile 1:1 (kütle/kütle) oranında seyreltilmişse, hesaplanan kuru madde miktarı iki ile çarpılır.

6.3.Tekrarlanabilirlik:

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı zaman diliminde veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin 100 g'ı için 0,2 g'ı geçmemelidir.

Tablo 1: Kırılma İndeksi - % Sakaroz Çevrim Tablosu

n 20°C	sa karo %	n 20°C	sa karo %	n 20°C	sa karo %	n 20°C	sa karo %	n 20°C	s akaro %
1.3	0.0	1.3	2.4	1.3	4.8	1.3	7.1	1.3	9
330	09	365	36	400	21	435	64	470	.466
1.3331	0.078	1.3366	2.505	1.3401	4.888	1.3436	7.230	1.3471	9.531
1.3332	0.149	1.3367	2.574	1.3402	4.956	1.3437	7.296	1.3472	9.596
1.3333	0.218	1.3368	2.642	1.3403	5.023	1.3438	7.362	1.3473	9.661
1.3334	0.288	1.3369	2.711	1.3404	5.091	1.3439	7.429	1.3474	9.726
1.3335	0.358	1.3370	2.779	1.3405	5.158	1.3440	7.495	1.3475	9.791
1.3336	0.428	1.3371	2.848	1.3406	5.225	1.3441	7.561	1.3476	9.856
1.3337	0.498	1.3372	2.917	1.3407	5.293	1.3442	7.627	1.3477	9.921
1.3338	0.567	1.3373	2.985	1.3408	5.360	1.3443	7.693	1.3478	9.986
1.3339	0.637	1.3374	3.053	1.3409	5.427	1.3444	7.759	1.3479	10.051
1.3340	0.707	1.3375	3.122	1.3410	5.494	1.3445	7.825	1.3480	10.116
1.3341	0.776	1.3376	3.190	1.3411	5.562	1.3446	7.891	1.3481	10.181
1.3342	0.846	1.3377	3.259	1.3412	5.629	1.3447	7.957	1.3482	10.246
1.3343	0.915	1.3378	3.327	1.3413	5.696	1.3448	8.023	1.3483	10.311
1.3344	0.985	1.3379	3.395	1.3414	5.763	1.3449	8.089	1.3484	10.375
1.3345	1.054	1.3380	3.463	1.3415	5.830	1.3450	8.155	1.3485	10.440
1.3346	1.124	1.3381	3.532	1.3416	5.897	1.3451	8.221	1.3486	10.505
1.3347	1.193	1.3382	3.600	1.3417	5.964	1.3452	8.287	1.3487	10.570
1.3348	1.263	1.3383	3.668	1.3418	6.031	1.3453	8.352	1.3488	10.634
1.3349	1.332	1.3384	3.736	1.3419	6.098	1.3454	8.418	1.3489	10.699
1.3350	1.401	1.3385	3.804	1.3420	6.165	1.3455	8.484	1.3490	10.763
1.3351	1.470	1.3386	3.872	1.3421	6.231	1.3456	8.550	1.3490	10.828
1.3352	1.540	1.3387	3.940	1.3422	6.298	1.3457	8.615	1.3490	10.892
1.3353	1.609	1.3388	4.008	1.3423	6.365	1.3458	8.681	1.3490	10.957
1.3354	1.678	1.3389	4.076	1.3424	6.432	1.3459	8.746	1.3490	11.021
1.3355	1.747	1.3390	4.144	1.3425	6.498	1.3460	8.812	1.3490	11.086
1.3356	1.816	1.3391	4.212	1.3426	6.565	1.3461	8.878	1.3490	11.150
1.3357	1.885	1.3392	4.279	1.3427	6.632	1.3462	8.943	1.3490	11.215
1.3358	1.954	1.3393	4.347	1.3428	6.698	1.3463	9.008	1.3490	11.279
1.3359	2.023	1.3394	4.415	1.3429	6.765	1.3464	9.074	1.3490	11.343
1.3360	2.092	1.3395	4.483	1.3430	6.831	1.3465	9.139	1.3500	11.407
1.3361	2.161	1.3396	4.550	1.3431	6.898	1.3466	9.205	1.3501	11.472
1.3362	2.230	1.3397	4.618	1.3432	6.964	1.3467	9.270	1.3502	11.536
1.3363	2.299	1.3398	4.686	1.3433	7.031	1.3468	9.335	1.3503	11.600
1.3364	2.367	1.3399	4.753	1.3434	7.097	1.3469	9.400	1.3504	11.664
1.3505	11.728	1.3560	15.207	1.3615	18.595	1.3670	21.896	1.3725	25.114
1.3506	11.792	1.3561	15.269	1.3616	18.655	1.3671	21.955	1.3726	25.172

1.3507	11.856	1.3562	15.332	1.3617	18.716	1.3672	22.014	1.3727	25.230
1.3508	11.920	1.3563	15.394	1.3618	18.777	1.3673	22.073	1.3728	25.287
1.3509	11.984	1.3564	15.456	1.3619	18.837	1.3674	22.132	1.3729	25.345
1.3510	12.048	1.3565	15.518	1.3620	18.898	1.3675	22.192	1.3730	25.403
1.3511	12.112	1.3566	15.581	1.3621	18.959	1.3676	22.251	1.3731	25.460
1.3512	12.176	1.3567	15.643	1.3622	19.019	1.3677	22.310	1.3732	25.518
1.3513	12.240	1.3568	15.705	1.3623	19.080	1.3678	22.369	1.3733	25.576
1.3514	12.304	1.3569	15.767	1.3624	19.141	1.3679	22.428	1.3734	25.633
1.3515	12.368	1.3570	15.829	1.3625	19.201	1.3680	22.487	1.3735	25.691
1.3516	12.431	1.3571	15.891	1.3626	19.262	1.3681	22.546	1.3736	25.748
1.3517	12.495	1.3572	15.953	1.3627	19.322	1.3682	22.605	1.3737	25.806
1.3518	12.559	1.3573	16.016	1.3628	19.382	1.3683	22.664	1.3738	25.863
1.3519	12.623	1.3574	16.078	1.3629	19.443	1.3684	22.723	1.3739	25.921
1.3520	12.686	1.3575	16.140	1.3630	19.503	1.3685	22.781	1.3740	25.978
1.3521	12.750	1.3576	16.201	1.3631	19.564	1.3686	22.840	1.3741	26.035
1.3522	12.813	1.3577	16.263	1.3632	19.624	1.3687	22.899	1.3742	26.093
1.3523	12.877	1.3578	16.325	1.3633	19.684	1.3688	22.958	1.3743	26.150
1.3524	12.940	1.3579	16.387	1.3634	19.745	1.3689	23.017	1.3744	26.207
1.3525	13.004	1.3580	16.449	1.3635	19.805	1.3690	23.075	1.3745	26.265
1.3526	13.067	1.3581	16.511	1.3636	19.865	1.3691	23.134	1.3746	26.322
1.3527	13.131	1.3582	16.573	1.3637	19.925	1.3692	23.193	1.3747	26.379
1.3528	13.194	1.3583	16.634	1.3638	19.985	1.3693	23.251	1.3748	26.436
1.3529	13.258	1.3584	16.696	1.3639	20.045	1.3694	23.310	1.3749	26.493
1.3530	13.321	1.3585	16.758	1.3640	20.106	1.3695	23.369	1.3750	26.551
1.3531	13.384	1.3586	16.819	1.3641	20.166	1.3696	23.427	1.3751	26.608
1.3532	13.448	1.3587	16.881	1.3642	20.226	1.3697	23.486	1.3752	26.665
1.3533	13.511	1.3588	16.943	1.3643	20.286	1.3698	23.544	1.3753	26.722
1.3534	13.574	1.3589	17.004	1.3644	20.346	1.3699	23.603	1.3754	26.779
1.3535	13.637	1.3590	17.066	1.3645	20.406	1.3700	23.661	1.3755	26.836
1.3536	13.700	1.3591	17.127	1.3646	20.466	1.3701	23.720	1.3756	26.893
1.3537	13.763	1.3592	17.189	1.3647	20.525	1.3702	23.778	1.3757	26.950
1.3538	13.826	1.3593	17.250	1.3648	20.585	1.3703	23.836	1.3758	27.007
1.3539	13.890	1.3594	17.311	1.3649	20.645	1.3704	23.895	1.3759	27.064
1.3540	13.953	1.3595	17.373	1.3650	20.705	1.3705	23.953	1.3760	27.121
1.3541	14.016	1.3596	17.434	1.3651	20.765	1.3706	24.011	1.3761	27.178
1.3542	14.079	1.3597	17.496	1.3652	20.825	1.3707	24.070	1.3762	27.234
1.3543	14.141	1.3598	17.557	1.3653	20.884	1.3708	24.128	1.3763	27.291
1.3544	14.204	1.3599	17.618	1.3654	20.944	1.3709	24.186	1.3764	27.348
1.3545	14.267	1.3600	17.679	1.3655	21.004	1.3710	24.244	1.3765	27.405
1.3546	14.330	1.3601	17.741	1.3656	21.063	1.3711	24.302	1.3766	27.462
1.3547	14.393	1.3602	17.802	1.3657	21.123	1.3712	24.361	1.3767	27.518
1.3548	14.456	1.3603	17.863	1.3658	21.183	1.3713	24.419	1.3768	27.575
1.3549	14.518	1.3604	17.924	1.3659	21.242	1.3714	24.477	1.3769	27.632

1.3550	14.581	1.3605	17.985	1.3660	21.302	1.3715	24.535	1.3770	27.688
1.3551	14.644	1.3606	18.046	1.3661	21.361	1.3716	24.593	1.3771	27.745
1.3552	14.707	1.3607	18.107	1.3662	21.421	1.3717	24.651	1.3772	27.802
1.3553	14.769	1.3608	18.168	1.3663	21.480	1.3718	24.709	1.3773	27.858
1.3554	14.832	1.3609	18.229	1.3664	21.540	1.3719	24.767	1.3774	27.915
1.3555	14.894	1.3610	18.290	1.3665	21.599	1.3720	24.825	1.3775	27.971
1.3556	14.957	1.3611	18.351	1.3666	21.658	1.3721	24.883	1.3776	28.028
1.3557	15.019	1.3612	18.412	1.3667	21.718	1.3722	24.941	1.3777	28.084
1.3558	15.082	1.3613	18.473	1.3668	21.777	1.3723	24.998	1.3778	28.141
1.3559	15.144	1.3614	18.534	1.3669	21.836	1.3724	25.056	1.3779	28.197
1.3780	28.253	1.3835	31.317	1.3890	34.310	1.3945	37.233	1.4000	40.091
1.3781	28.310	1.3836	31.372	1.3891	34.363	1.3946	37.286	1.4001	40.142
1.3782	28.366	1.3837	31.428	1.3892	34.417	1.3947	37.338	1.4002	40.194
1.3783	28.422	1.3838	31.482	1.3893	34.471	1.3948	37.391	1.4003	40.245
1.3784	28.479	1.3839	31.537	1.3894	34.524	1.3949	37.443	1.4004	40.296
1.3785	28.535	1.3840	31.592	1.3895	34.578	1.3950	37.495	1.4005	40.348
1.3786	28.591	1.3841	31.647	1.3896	34.632	1.3951	37.548	1.4006	40.399
1.3787	28.648	1.3842	31.702	1.3897	34.685	1.3952	37.600	1.4007	40.450
1.3788	28.704	1.3843	31.757	1.3898	34.739	1.3953	37.653	1.4008	40.501
1.3789	28.760	1.3844	31.812	1.3899	34.793	1.3954	37.705	1.4009	40.553
1.3790	28.816	1.3845	31.867	1.3900	34.846	1.3955	37.757	1.4010	40.604
1.3791	28.872	1.3846	31.922	1.3901	34.900	1.3956	37.810	1.4011	40.655
1.3792	28.928	1.3847	31.976	1.3902	34.953	1.3957	37.862	1.4012	40.706
1.3793	28.984	1.3848	32.031	1.3903	35.007	1.3958	37.914	1.4013	40.757
1.3794	29.040	1.3849	32.086	1.3904	35.060	1.3959	37.967	1.4014	40.808
1.3795	29.096	1.3850	32.140	1.3905	35.114	1.3960	38.019	1.4015	40.860
1.3796	29.152	1.3851	32.195	1.3906	35.167	1.3961	38.071	1.4016	40.911
1.3797	29.208	1.3852	32.250	1.3907	35.220	1.3962	38.123	1.4017	40.962
1.3798	29.264	1.3853	32.304	1.3908	35.274	1.3963	38.175	1.4018	41.013
1.3799	29.320	1.3854	32.359	1.3909	35.327	1.3964	38.228	1.4019	41.064
1.3800	29.376	1.3855	32.414	1.3910	35.380	1.3965	38.280	1.4020	41.115
1.3801	29.432	1.3856	32.468	1.3911	35.434	1.3966	38.332	1.4021	41.166
1.3802	29.488	1.3857	32.523	1.3912	35.487	1.3967	38.384	1.4022	41.217
1.3803	29.544	1.3858	32.577	1.3913	35.540	1.3968	38.436	1.4023	41.268
1.3804	29.600	1.3859	32.632	1.3914	35.593	1.3969	38.488	1.4024	41.318
1.3805	29.655	1.3860	32.686	1.3915	35.647	1.3970	38.540	1.4025	41.369
1.3806	29.711	1.3861	32.741	1.3916	35.700	1.3971	38.592	1.4026	41.420
1.3807	29.767	1.3862	32.795	1.3917	35.753	1.3972	38.644	1.4027	41.471
1.3808	29.823	1.3863	32.849	1.3918	35.806	1.3973	38.696	1.4028	41.522
1.3809	29.878	1.3864	32.904	1.3919	35.859	1.3974	38.748	1.4029	41.573
1.3810	29.934	1.3865	32.958	1.3920	35.912	1.3975	38.800	1.4030	41.623
1.3811	29.989	1.3866	33.013	1.3921	35.966	1.3976	38.852	1.4031	41.674

1.3812	30.045	1.3867	33.067	1.3922	36.019	1.3977	38.904	1.4032	41.725
1.3813	30.101	1.3868	33.121	1.3923	36.072	1.3978	38.955	1.4033	41.776
1.3814	30.156	1.3869	33.175	1.3924	36.125	1.3979	39.007	1.4034	41.826
1.3815	30.212	1.3870	33.230	1.3925	36.178	1.3980	39.059	1.4035	41.877
1.3816	30.267	1.3871	33.284	1.3926	36.231	1.3981	39.111	1.4036	41.928
1.3817	30.323	1.3872	33.338	1.3927	36.284	1.3982	39.163	1.4037	41.978
1.3818	30.378	1.3873	33.392	1.3928	36.337	1.3983	39.214	1.4038	42.029
1.3819	30.434	1.3874	33.446	1.3929	36.389	1.3984	39.266	1.4039	42.080
1.3820	30.489	1.3875	33.500	1.3930	36.442	1.3985	39.318	1.4040	42.130
1.3821	30.544	1.3876	33.555	1.3931	36.495	1.3986	39.370	1.4041	42.181
1.3822	30.600	1.3877	33.609	1.3932	36.548	1.3987	39.421	1.4042	42.231
1.3823	30.655	1.3878	33.663	1.3933	36.601	1.3988	39.473	1.4043	42.282
1.3824	30.711	1.3879	33.717	1.3934	36.654	1.3989	39.525	1.4044	42.332
1.3825	30.766	1.3880	33.771	1.3935	36.706	1.3990	39.576	1.4045	42.383
1.3826	30.821	1.3881	33.825	1.3936	36.759	1.3991	39.628	1.4046	42.433
1.3827	30.876	1.3882	33.879	1.3937	36.812	1.3992	39.679	1.4047	42.484
1.3828	30.932	1.3883	33.933	1.3938	36.865	1.3993	39.731	1.4048	42.534
1.3829	30.987	1.3884	33.987	1.3939	36.917	1.3994	39.782	1.4049	42.585
1.3830	31.042	1.3885	34.040	1.3940	36.970	1.3995	39.834	1.4050	42.635
1.3831	31.097	1.3886	34.094	1.3941	37.023	1.3996	39.885	1.4051	42.685
1.3832	31.152	1.3887	34.148	1.3942	37.075	1.3997	39.937	1.4052	42.736
1.3833	31.207	1.3888	34.202	1.3943	37.128	1.3998	39.988	1.4053	42.786
1.3834	31.262	1.3889	34.256	1.3944	37.180	1.3999	40.040	1.4054	42.836
1.4055	42.887	1.4110	45.623	1.4165	48.302	1.4220	50.928	1.4275	53.501
1.4056	42.937	1.4111	45.672	1.4166	48.350	1.4221	50.975	1.4276	53.548
1.4057	42.987	1.4112	45.721	1.4167	48.399	1.4222	51.022	1.4277	53.594
1.4058	42.037	1.4113	45.770	1.4168	48.447	1.4223	51.069	1.4278	53.640
1.4059	42.088	1.4114	45.820	1.4169	48.495	1.4224	51.116	1.4279	53.686
1.4060	43.138	1.4115	45.869	1.4170	48.543	1.4225	51.164	1.4280	53.733
1.4061	43.188	1.4116	45.918	1.4171	48.591	1.4226	51.211	1.4281	53.779
1.4062	43.238	1.4117	46.967	1.4172	48.639	1.4227	51.258	1.4282	53.825
1.4063	43.288	1.4118	46.016	1.4173	48.687	1.4228	51.305	1.4283	53.871
1.4064	43.338	1.4119	46.065	1.4174	48.735	1.4229	51.352	1.4284	53.918
1.4065	43.388	1.4120	46.114	1.4175	48.784	1.4230	51.399	1.4285	53.964
1.4066	43.439	1.4121	46.163	1.4176	48.832	1.4231	51.446	1.4286	54.010
1.4067	43.489	1.4122	46.212	1.4177	48.880	1.4232	51.493	1.4287	54.056
1.4068	43.539	1.4123	46.261	1.4178	48.928	1.4233	51.540	1.4288	54.102
1.4069	43.589	1.4124	46.310	1.4179	48.976	1.4234	51.587	1.4289	54.148
1.4070	43.639	1.4125	46.359	1.4180	49.023	1.4235	51.634	1.4290	54.194
1.4071	43.689	1.4126	46.408	1.4181	49.071	1.4236	51.681	1.4291	54.241
1.4072	43.739	1.4127	46.457	1.4182	49.119	1.4237	51.728	1.4292	54.287
1.4073	43.789	1.4128	46.506	1.4183	49.167	1.4238	51.775	1.4293	54.333
1.4074	43.838	1.4129	46.555	1.4184	49.215	1.4239	51.822	1.4294	54.379

1.4075	43.888	1.41.30	46.604	1.4185	49.263	1.4240	51.869	1.4295	54.425
1.4076	43.938	1.41.31	46.652	1.4186	49.311	1.4241	51.916	1.4296	54.471
1.4077	43.988	1.41.32	46.701	1.4187	49.359	1.4242	51.963	1.4297	54.517
1.4078	44.038	1.41.33	46.750	1.4188	49.407	1.4243	52.010	1.4298	54.563
1.4079	44.088	1.41.34	46.799	1.4189	49.454	1.4244	52.057	1.4299	54.609
1.4080	44.138	1.41.35	46.848	1.4190	49.502	1.4245	52.104	1.4300	54.655
1.4081	44.187	1.41.36	46.896	1.4191	49.550	1.4246	52.150	1.4301	54.701
1.4082	44.237	1.41.37	46.945	1.4192	49.598	1.4247	52.197	1.4302	54.746
1.4083	44.287	1.41.38	46.994	1.4193	49.645	1.4248	52.244	1.4303	54.792
1.4084	44.337	1.41.39	47.043	1.4194	49.693	1.4249	52.291	1.4304	54.838
1.4085	44.386	1.4140	47.091	1.4195	49.741	1.4250	52.338	1.4305	54.884
1.4086	44.436	1.4141	47.140	1.4196	49.788	1.4251	52.384	1.4306	54.930
1.4087	44.486	1.4142	47.188	1.4197	49.836	1.4252	52.431	1.4307	54.976
1.4088	44.535	1.4143	47.237	1.4198	49.884	1.4253	52.478	1.4308	55.022
1.4089	44.585	1.4144	47.286	1.4199	49.931	1.4254	52.524	1.4309	55.067
1.4090	44.635	1.4145	47.334	1.4200	49.979	1.4255	52.571	1.4310	55.113
1.4091	44.684	1.4146	47.383	1.4201	50.027	1.4256	52.618	1.4311	55.159
1.4092	44.734	1.4147	47.431	1.4202	50.074	1.4257	52.664	1.4312	55.205
1.4093	44.783	1.4148	47.480	1.4203	50.122	1.4258	52.711	1.4313	55.250
1.4094	44.833	1.4149	47.528	1.4204	50.169	1.4259	52.758	1.4314	55.296
1.4095	44.882	1.4150	47.577	1.4205	50.217	1.4260	52.804	1.4315	55.342
1.4096	44.932	1.4151	47.625	1.4206	50.264	1.4261	52.851	1.4316	55.388
1.4097	44.981	1.4152	47.674	1.4207	50.312	1.4262	52.897	1.4317	55.433
1.4098	45.031	1.4153	47.722	1.4208	50.359	1.4263	52.944	1.4318	55.479
1.4099	45.080	1.4154	47.771	1.4209	50.407	1.4264	52.990	1.4319	55.524
1.4100	45.130	1.4155	47.819	1.4210	50.454	1.4265	53.037	1.4320	55.570
1.4101	45.179	1.4156	47.868	1.4211	50.502	1.4266	53.083	1.4321	55.616
1.4102	45.228	1.4157	47.916	1.4212	50.549	1.4267	53.130	1.4322	55.661
1.4103	45.278	1.4158	47.964	1.4213	50.596	1.4268	53.176	1.4323	55.707
1.4104	45.327	1.4159	48.013	1.4214	50.644	1.4269	53.223	1.4324	55.752
1.4105	45.376	1.4160	48.061	1.4215	50.691	1.4270	53.269	1.4325	55.798
1.4106	45.426	1.4161	48.109	1.4216	50.738	1.4271	53.316	1.4326	55.844
1.4107	45.475	1.4162	48.158	1.4217	50.786	1.4272	53.362	1.4327	55.889
1.4108	45.524	1.4163	48.206	1.4218	50.833	1.4273	53.408	1.4328	55.935
1.4109	45.574	1.4164	48.254	1.4219	50.880	1.4274	53.455	1.4329	55.980
1.4330	56.026	1.4385	58.503	1.4440	60.935	1.4495	63.324	1.4550	65.672
1.4331	56.071	1.4386	58.547	1.4441	60.979	1.4496	63.367	1.4551	65.714
1.4332	56.116	1.4387	58.592	1.4442	61.023	1.4497	63.410	1.4552	65.756
1.4333	56.162	1.4388	58.637	1.4443	61.066	1.4498	63.453	1.4553	65.798
1.4334	56.207	1.4389	58.681	1.4444	61.110	1.4499	63.496	1.4554	65.841
1.4335	56.253	1.4390	58.726	1.4445	61.154	1.4500	63.539	1.4555	65.883
1.4336	56.298	1.4391	58.770	1.4446	61.198	1.4501	63.582	1.4556	65.925

1.4337	56.343	1.4392	58.815	1.4447	61.241	1.4502	63.625	1.4557	65.967
1.4338	56.389	1.4393	58.859	1.4448	61.285	1.4503	63.668	1.4558	66.010
1.4339	56.434	1.4394	58.904	1.4449	61.329	1.4504	63.711	1.4559	66.052
1.4340	56.479	1.4395	58.948	1.4450	61.372	1.4505	63.754	1.4560	66.094
1.4341	56.525	1.4396	58.993	1.4451	61.416	1.4506	63.797	1.4561	66.136
1.4342	56.570	1.4397	59.037	1.4452	61.460	1.4507	63.840	1.4562	66.178
1.4343	56.615	1.4398	59.082	1.4453	61.503	1.4508	63.882	1.4563	66.221
1.4344	56.660	1.4399	59.126	1.4454	61.547	1.4509	63.925	1.4564	66.263
1.4345	56.706	1.4400	59.170	1.4455	61.591	1.4510	63.968	1.4565	66.305
1.4346	56.751	1.4401	59.215	1.4456	61.634	1.4511	64.011	1.4566	66.347
1.4347	56.796	1.4402	59.259	1.4457	61.678	1.4512	64.054	1.4567	66.389
1.4348	56.841	1.4403	59.304	1.4458	61.721	1.4513	64.097	1.4568	66.431
1.4349	56.887	1.4404	59.348	1.4459	61.765	1.4514	64.139	1.4569	66.473
1.4350	56.932	1.4405	59.392	1.4460	61.809	1.4515	64.182	1.4570	66.515
1.4351	56.977	1.4406	59.437	1.4461	61.852	1.4516	64.225	1.4571	66.557
1.4352	57.022	1.4407	59.481	1.4462	61.896	1.4517	64.268	1.4572	66.599
1.4353	57.067	1.4408	59.525	1.4463	61.939	1.4518	64.311	1.4573	66.641
1.4354	57.112	1.4409	59.569	1.4464	61.983	1.4519	64.353	1.4574	66.683
1.4355	57.157	1.4410	59.614	1.4465	62.026	1.4520	64.396	1.4575	66.725
1.4356	57.202	1.4411	59.658	1.4466	62.070	1.4521	64.439	1.4576	66.767
1.4357	57.247	1.4412	59.702	1.4467	62.113	1.4522	64.481	1.4577	66.809
1.4358	57.292	1.4413	59.746	1.4468	62.156	1.4523	64.524	1.4578	66.851
1.4359	57.337	1.4414	59.791	1.4469	62.200	1.4524	64.567	1.4579	66.893
1.4360	57.382	1.4415	59.835	1.4470	62.243	1.4525	64.609	1.4580	66.935
1.4361	57.427	1.4416	59.879	1.4471	62.287	1.4526	64.652	1.4581	66.977
1.4362	57.472	1.4417	59.923	1.4472	62.330	1.4527	64.695	1.4582	67.019
1.4363	57.517	1.4418	59.967	1.4473	62.373	1.4528	64.737	1.4583	67.061
1.4364	57.562	1.4419	60.011	1.4474	62.417	1.4529	64.780	1.4584	67.103
1.4365	57.607	1.4420	60.056	1.4475	62.460	1.4530	64.823	1.4585	67.145
1.4366	57.652	1.4421	60.100	1.4476	62.503	1.4531	64.865	1.4586	67.186
1.4367	57.697	1.4422	60.144	1.4477	62.547	1.4532	64.908	1.4587	67.228
1.4368	57.742	1.4423	60.188	1.4478	62.590	1.4533	64.950	1.4588	67.270
1.4369	57.787	1.4424	60.232	1.4479	62.633	1.4534	64.993	1.4589	67.312
1.4370	57.832	1.4425	60.276	1.4480	62.677	1.4535	65.035	1.4590	67.354
1.4371	57.877	1.4426	60.320	1.4481	62.720	1.4536	65.078	1.4591	67.396
1.4372	57.921	1.4427	60.364	1.4482	62.763	1.4537	65.120	1.4592	67.437
1.4373	57.966	1.4428	60.408	1.4483	62.806	1.4538	65.163	1.4593	67.479
1.4374	58.011	1.4429	60.452	1.4484	62.849	1.4539	65.205	1.4594	67.521
1.4375	58.056	1.4430	60.496	1.4485	62.893	1.4540	65.248	1.4595	67.563
1.4376	58.101	1.4431	60.540	1.4486	62.936	1.4541	65.290	1.4596	67.604
1.4377	58.145	1.4432	60.584	1.4487	62.979	1.4542	65.333	1.4597	67.646
1.4378	58.190	1.4433	60.628	1.4488	63.022	1.4543	65.375	1.4598	67.688
1.4379	58.235	1.4434	60.672	1.4489	63.065	1.4544	65.417	1.4599	67.729

1.4380	58.279	1.4435	60.716	1.4490	63.108	1.4545	65.460	1.4600	67.771
1.4381	58.324	1.4436	60.759	1.4491	63.152	1.4546	65.502	1.4601	67.813
1.4382	58.369	1.4437	60.803	1.4492	63.195	1.4547	65.544	1.4602	67.854
1.4383	58.413	1.4438	60.847	1.4493	63.238	1.4548	65.587	1.4603	67.896
1.4384	58.458	1.4439	60.891	1.4494	63.281	1.4549	65.629	1.4604	67.938
1.4605	67.979	1.4660	70.249	1.4715	72.482	1.4770	74.678	1.4825	76.841
1.4606	68.021	1.4661	70.290	1.4716	72.522	1.4771	74.718	1.4826	76.880
1.4607	68.063	1.4662	70.331	1.4717	72.562	1.4772	74.758	1.4827	76.919
1.4608	68.104	1.4663	70.372	1.4718	72.602	1.4773	74.797	1.4828	76.958
1.4609	68.146	1.4664	70.413	1.4719	72.643	1.4774	74.837	1.4829	76.997
1.4610	68.187	1.4665	70.453	1.4720	72.683	1.4775	74.876	1.4830	77.036
1.4611	68.229	1.4666	70.494	1.4721	72.723	1.4776	74.916	1.4831	77.075
1.4612	68.270	1.4667	70.535	1.4722	72.763	1.4777	74.956	1.4832	77.113
1.4613	68.312	1.4668	70.576	1.4723	72.803	1.4778	74.995	1.4833	77.152
1.4614	68.353	1.4669	70.617	1.4724	72.843	1.4779	75.035	1.4834	77.191
1.4615	68.395	1.4670	70.658	1.4725	72.884	1.4780	75.074	1.4835	77.230
1.4616	68.436	1.4671	70.698	1.4726	72.924	1.4781	75.114	1.4836	77.269
1.4617	68.478	1.4672	70.739	1.4727	72.964	1.4782	75.153	1.4837	77.308
1.4618	68.519	1.4673	70.780	1.4728	73.004	1.4783	75.193	1.4838	77.347
1.4619	68.561	1.4674	70.821	1.4729	73.044	1.4784	75.232	1.4839	77.386
1.4620	68.602	1.4675	70.861	1.4730	73.084	1.4785	75.272	1.4840	77.425
1.4621	68.643	1.4676	70.902	1.4731	73.124	1.4786	75.311	1.4841	77.463
1.4622	68.685	1.4677	70.943	1.4732	73.164	1.4787	75.350	1.4842	77.502
1.4623	68.726	1.4678	70.984	1.4733	73.204	1.4788	75.390	1.4843	77.541
1.4624	68.768	1.4679	71.024	1.4734	73.244	1.4789	75.429	1.4844	77.580
1.4625	68.809	1.4680	71.065	1.4735	73.285	1.4790	75.469	1.4845	77.619
1.4626	68.850	1.4681	71.106	1.4736	73.325	1.4791	75.508	1.4846	77.657
1.4627	68.892	1.4682	71.146	1.4737	73.365	1.4792	75.547	1.4847	77.696
1.4628	68.933	1.4683	71.187	1.4738	73.405	1.4793	75.587	1.4848	77.735
1.4629	68.974	1.4684	71.228	1.4739	73.445	1.4794	75.626	1.4849	77.774
1.4630	69.016	1.4685	71.268	1.4740	73.485	1.4795	75.666	1.4850	77.812
1.4631	69.057	1.4686	71.309	1.4741	73.524	1.4796	75.705	1.4851	77.851
1.4632	69.098	1.4687	71.349	1.4742	73.564	1.4797	75.744	1.4852	77.890
1.4633	69.139	1.4688	71.390	1.4743	73.604	1.4798	75.784	1.4853	77.928
1.4634	69.181	1.4689	71.431	1.4744	73.644	1.4799	75.823	1.4854	77.967
1.4635	69.222	1.4690	71.471	1.4745	73.684	1.4800	75.862	1.4855	78.006
1.4636	69.263	1.4691	71.512	1.4746	73.724	1.4801	75.901	1.4856	78.045
1.4637	69.304	1.4692	71.552	1.4747	73.764	1.4802	75.941	1.4857	78.083
1.4638	69.346	1.4693	71.593	1.4748	73.804	1.4803	75.980	1.4858	78.122
1.4639	69.387	1.4694	71.633	1.4749	73.844	1.4804	76.019	1.4859	78.160
1.4640	69.428	1.4695	71.674	1.4750	73.884	1.4805	76.058	1.4860	78.199
1.4641	69.469	1.4696	71.714	1.4751	73.924	1.4806	76.098	1.4861	78.238

1.4642	69.510	1.4697	71.755	1.4752	73.963	1.4807	76.137	1.4862	78.276
1.4643	69.551	1.4698	71.795	1.4753	74.003	1.4808	76.176	1.4863	78.315
1.4644	69.593	1.4699	71.836	1.4754	74.043	1.4809	76.215	1.4864	78.353
1.4645	69.634	1.4700	71.876	1.4755	74.083	1.4810	76.254	1.4865	78.392
1.4646	69.675	1.4701	71.917	1.4756	74.123	1.4811	76.294	1.4866	78.431
1.4647	69.716	1.4702	71.957	1.4757	74.162	1.4812	76.333	1.4867	78.469
1.4648	69.757	1.4703	71.998	1.4758	74.202	1.4813	76.372	1.4868	78.508
1.4649	69.798	1.4704	72.038	1.4759	74.242	1.4814	76.411	1.4869	78.546
1.4650	69.839	1.4705	72.078	1.4760	74.282	1.4815	76.450	1.4870	78.585
1.4651	69.880	1.4706	72.119	1.4761	74.321	1.4816	76.489	1.4871	78.623
1.4652	69.921	1.4707	72.159	1.4762	74.361	1.4817	76.528	1.4872	78.662
1.4653	69.962	1.4708	72.199	1.4763	74.401	1.4818	76.567	1.4873	78.700
1.4654	70.003	1.4709	72.240	1.4764	74.441	1.4819	76.607	1.4874	78.739
1.4655	70.044	1.4710	72.280	1.4765	74.480	1.4820	76.646	1.4875	78.777
1.4656	70.085	1.4711	72.320	1.4766	74.520	1.4821	76.685	1.4876	78.816
1.4657	70.126	1.4712	72.361	1.4767	74.560	1.4822	76.724	1.4877	78.854
1.4658	70.167	1.4713	72.401	1.4768	74.599	1.4823	76.763	1.4878	78.892
1.4659	70.208	1.4714	72.441	1.4769	74.639	1.4824	76.802	1.4879	78.931
1.4880	78.969	1.4920	80.497	1.4960	82.007	1.5000	83.500	1.5040	84.976
1.4881	79.008	1.4921	80.534	1.4961	82.044	1.5001	83.537	1.5041	85.013
1.4882	79.046	1.4922	80.572	1.4962	82.082	1.5002	83.574	1.5042	85.049
1.4883	79.084	1.4923	80.610	1.4963	82.119	1.5003	83.611	1.5043	85.086
1.4884	79.123	1.4924	80.648	1.4964	82.157	1.5004	83.648	1.5044	85.123
1.4885	79.161	1.4925	80.686	1.4965	82.194	1.5005	83.685	1.5045	85.159
1.4886	79.199	1.4926	80.724	1.4966	82.232	1.5006	83.722	1.5046	85.196
1.4887	79.238	1.4927	80.762	1.4967	82.269	1.5007	83.759	1.5047	85.233
1.4888	79.276	1.4928	80.800	1.4968	82.307	1.5008	83.796	1.5048	85.269
1.4889	79.314	1.4929	80.838	1.4969	82.344	1.5009	83.833	1.5049	85.306
1.4890	79.353	1.4930	80.876	1.4970	82.381	1.5010	83.870	1.5050	85.343
1.4891	79.391	1.4931	80.913	1.4971	82.419	1.5011	83.907	1.5051	85.379
1.4892	79.429	1.4932	80.951	1.4972	82.456	1.5012	83.944	1.5052	85.416
1.4893	79.468	1.4933	80.989	1.4973	82.494	1.5013	83.981	1.5053	85.452
1.4894	79.506	1.4934	81.027	1.4974	82.531	1.5014	84.018	1.5054	85.489
1.4895	79.544	1.4935	81.065	1.4975	82.569	1.5015	84.055	1.5055	85.525
1.4896	79.582	1.4936	81.103	1.4976	82.606	1.5016	84.092	1.5056	85.562
1.4897	79.620	1.4937	81.140	1.4977	82.643	1.5017	84.129	1.5057	85.598
1.4898	79.659	1.4938	81.178	1.4978	82.681	1.5018	84.166	1.5058	85.635
1.4899	79.697	1.4939	81.216	1.4979	82.718	1.5019	84.203	1.5059	85.672
1.4900	79.735	1.4940	81.254	1.4980	82.755	1.5020	84.240	1.5060	85.708
1.4901	79.773	1.4941	81.291	1.4981	82.793	1.5021	84.277	1.5061	85.744
1.4902	79.811	1.4942	81.329	1.4982	82.830	1.5022	84.314	1.5062	85.781
1.4903	79.850	1.4943	81.367	1.4983	82.867	1.5023	84.351	1.5063	85.817
1.4904	79.888	1.4944	81.405	1.4984	82.905	1.5024	84.388	1.5064	85.854

1.4905	79.926	1.4945	81.442	1.4985	82.942	1.5025	84.424	1.5065	85.890
1.4906	79.964	1.4946	81.480	1.4986	82.979	1.5026	84.461	1.5066	85.927
1.4907	80.002	1.4947	81.518	1.4987	83.016	1.5027	84.498	1.5067	85.963
1.4908	80.040	1.4948	81.555	1.4988	83.054	1.5028	84.535	1.5068	86.000
1.4909	80.078	1.4949	81.593	1.4989	83.091	1.5029	84.572	1.5069	86.036
1.4910	80.116	1.4950	81.631	1.4990	83.128	1.5030	84.609	1.5070	86.072
1.4911	80.154	1.4951	81.668	1.4991	83.165	1.5031	84.645	1.5071	86.109
1.4912	80.192	1.4952	81.706	1.4992	83.202	1.5032	84.682	1.5072	86.145
1.4913	80.231	1.4953	81.744	1.4993	83.240	1.5033	84.719	1.5073	86.182
1.4914	80.269	1.4954	81.781	1.4994	83.277	1.5034	84.756	1.5074	86.218
1.4915	80.307	1.4955	81.819	1.4995	83.314	1.5035	84.792	1.5075	86.254
1.4916	80.345	1.4956	81.856	1.4996	83.351	1.5036	84.829	1.5076	86.291
1.4917	80.383	1.4957	81.894	1.4997	83.388	1.5037	84.866	1.5077	86.327
1.4918	80.421	1.4958	81.932	1.4998	83.425	1.5038	84.903	1.5078	86.363
1.4919	80.459	1.4959	81.969	1.4999	83.463	1.5039	84.939	1.5079	86.399

Yöntem 4: İnvert Şeker Cinsinden İndirgen Şekerlerin Tayini (Berlin Enstitüsü Yöntemi)

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntem, yarı beyaz şekerdeki indirgen şeker miktarını invert şeker cinsinden belirler.

2. Tanım

İnvert şeker cinsinden indirgen şekerler; bu analiz yöntemi ile belirlenen indirgen şeker miktarıdır.

3. Prensiptir

İndirgen şeker içeren örnek çözeltisi, bakır-II kompleks çözeltisini indirger. Oluşan bakır-I-oksit, daha sonra standart iyot çözeltisi ile yükseltgenir. İyot çözeltisinin fazlası ise standart sodyum tiyosülfat çözeltisi ile geri titrasyon yapılarak bulunur.

4. Reaktifler

4.1. Bakır-II çözeltisi (Müller çözeltisi)

4.1.1. 35 g bakır-II-sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 400 mL kaynar su içinde çözülür ve soğumaya bırakılır.

4.1.2. 173 g sodyum potasyum tartarat tetrahidrat (Rochelle tuzu veya Seignette tuzu; $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ve 68 g susuz sodyum karbonat, 500 mL kaynar suda çözülür ve soğumaya bırakılır.

4.1.3. Her iki çözelti (4.1.1 ve 4.1.2), 1 L'lik ölçülü bir balona aktarılır ve su ile çizgisine kadar tamamlanır. 2 g aktif karbon eklenir. Balonun içindekiler karıştırılır ve çözelti birkaç saat dinlendirilerek kağıt veya membran filtreden süzülür. Çözeltinin belli bir süre muhafaza edilmesi sonunda çözeltide bakır-I-oksit oluşursa, çözelti tekrar süzülmalıdır.

4.2. Asetik asit çözeltisi, 5 M

4.3. İyot çözeltisi, 0.01665 M (0.0333 N, 4.2258 g/L).

4.4. Sodyum tiyosülfat çözeltisi, 0.0333 M

4.5. Nişasta çözeltisi; 5 g suda çözünebilen nişasta 30 mL su ile çözülür ve bu karışım 1 L kaynayan suya aktarılır. 3 dakika kaynatılır ve soğumaya bırakılır. Nişasta çözeltisine koruyucu olarak 10 mg civa-II-iyodür eklenebilir.

5. Cihaz ve Malzemeler

5.1. Erlen, 300 mL, büret ve pipet.

5.2. Su banyosu, kaynatma özelliğinde.

6. İşlem

6.1. 300 mL'lik erlen içine 30 mg dan daha az invert şeker içerecek miktarda örnek (10 g veya daha az) tartılır ve yaklaşık 100 mL suda çözülür. 10 mL bakır-II çözeltisi (4.1) pipetle katılır. Erlen döndürülerek çözelti karıştırılır ve kaynayan su banyosunda (5.2) tam olarak 10 dakika tutulur.

Erlendeki çözelti seviyesi su banyosundaki su seviyesinden en az 20 mm aşağıda olmalıdır. Erlen, çeşme suyu altında hızlıca soğutulmalıdır.

Bu işlem sırasında çöken bakır-I-oksitin atmosfer oksijeni tarafından tekrar okside edilmemesi için çözelti çalkalanmamalıdır.

Bir pipetle 5 mL 5 M asetik asit (4.2) çözeltisi, erlen çalkalanmadan ilave edilir ve derhal 0.01665 M iyot çözeltisinin fazlası (20-40 mL) (4.3) bir büret yardımıyla eklenir. Bakır çökeleğinin çözünmesi için erlen çalkalanır. İyot fazlası 0.0333 M sodyum tiyosülfat çözeltisine (4.4) karşı nişasta indikatörü (4.5) kullanılarak titre edilir. İndikatör titrasyonun sonuna doğru katılır.

6.2.Su ile tanık deney yapılır. Bu deney, her yeni hazırlanan bakır-II çözeltisi (4.4.) için uygulanmalıdır. Bu işlem için harcanan tiyosülfat miktarı 0.1 mL'yi geçmemelidir.

6.3.Şeker çözeltisinde olabilecek diğer indirgen şekerler için harcanacak iyot miktarını tespit etmek amacıyla şeker çözeltisinden sıcak deneme için alınan miktar kadar örnek ile deney aynı koşullarda fakat ısıtmaksızın tekrarlanır (Soğuk deney). Şeker çözeltisi ile soğuk koşullar altında kontrol testi yapılır. Sülfür dioksit gibi indirgen maddelerin açığa çıkması için 10 dakika oda sıcaklığında bırakılır.

7. Sonuçların Açıklanması

7.1.Formül ve hesaplama yöntemi

Harcanan iyot çözeltisi hacmi = Fazla olarak eklenen 0.01665 M iyot çözeltisi (mL) - titrasyonda harcanan 0.0333 M sodyum tiyosülfat çözeltisi (mL)

Harcanan 0.01665 M iyot çözeltisi miktarından (mL), 7.1.1, 7.1.2 ve 7.1.3 deki miktarlar düşülerek düzeltme yapılır.

7.1.1. Madde 6.2'de su ile yapılan tanık deneyde harcanan hacim, mL

7.1.2. Madde 6.3'de şeker çözeltisi ile yapılan soğuk deneyde harcanan hacim, mL

7.1.3. Çözeltide mevcut her gram sakaroz için harcanan iyot çözeltisi miktarı, her 10 g sakaroz için 2 mL iyot çözeltisi harcaması olacak şekilde hesaplanır (sakaroz düzeltmesi).

Bu düzeltmeler yapıldıktan sonra elde edilen hacim, mL, 0.01665 M iyot çözeltisi miktarı esas alınarak örneğin invert şeker miktarı, örneğin kütlece yüzdesi cinsinden aşağıdaki formülle hesaplanır:

Hesaplamalarda 1 mL 0.01665 M iyot çözeltisi = 1 mg invert şeker eşitliği kullanılır.

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

V_1 : Düzeltilmiş 0.01665 M iyot çözeltisi hacimi, mL

m_0 : Örnek miktarı, g

7.2.Tekrarlanabilirlik

Analiz basamaklarının doğru olarak uygulanması koşuluyla, aynı örnekte, aynı zaman diliminde, aynı laboratuvar cihaz ve koşullarında, aynı kişi tarafından yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 0.02 g'ı geçmemelidir.

Yöntem 5: İnvert Şeker Olarak İndirgen Şeker Tayini (Knight ve Allen EDTA Yöntemi)

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntem, rafine şeker, şeker veya beyaz şekerde bulunan indirgen şeker miktarını invert şeker cinsinden belirler.

2. Tanım

İnvert şeker olarak indirgen şeker; belirtilen yöntemle tayin edilen indirgen şeker miktarıdır.

3. Prensip

Bakır-II çözeltisi , örnek çözeltisine eklenir, indirgenir ve indirgenmemiş kısımlar EDTA çözeltisi ile geri titre edilir.

4. Reaktifler

4.1. EDTA Çözeltisi, 0.0025 M: 0.930 g etilen diamin tetra asetik asitin (EDTA) di sodyum tuzu suda çözülür ve 1 L'ye tamamlanır. Alternatif olarak, 50 mL 0.01 M lik standart EDTA çözeltisi, kullanılacağı zaman 200 mL'ye seyreltilir.

4.2. Müreksit indikatör çözeltisi: 0.25 g müreksit 50 mL suya ilave edilir. 20 mL 0.2 g/100 mL metilen mavisi çözeltisi ile karıştırılır.

4.3. Alkali bakır çözeltisi: 1 L'lik balonda, 40 mL 1 M NaOH içeren yaklaşık 600 mL su ile 25 g susuz sodyum karbonat ve 25 g potasyum sodyum tartarat çözülür. 6.0 g bakır-II-sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) yaklaşık 100 mL suda çözülür ve alkali tartarat çözeltisine katılır. Karışım 1 L'ye tamamlanır ve iyice karıştırılır. Çözelti ancak bir hafta dayanıklıdır.

4.4. Standart invert şeker çözeltisi, % 1:9.50 g saf sakaroz tartılır ve 1 litrelik ölçülü balona aktarılır, 100 ± 5 mL kadar damıtık suda çözülür. 5 mL derişik HCl ilave edilir. Sakarozun tamamen invert şekere dönüşmesi için $20-25^\circ\text{C}$ 'da 3 gün veya $12-15^\circ\text{C}$ 'da 8 gün bekletilir. Bekleme süresi sonunda çözelti damıtık suyla 800 mL'ye seyreltilir.

2 g benzoik asit ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$) 75 mL sıcak suda çözülür, soğutulduktan sonra invert şeker çözeltisine ilave edilir ve çözelti damıtık suyla 1 L'e tamamlanır. seyreltilir, iyice karıştırılır. Elde edilen bu çözelti % 1'lik standart invert şeker çözeltisidir. Ağzı iyice kapanabilen ölçülü balonda 6 ay bozulmadan saklanabilir.

4.5. Saf sakaroz : 100 g'da 0.001g'dan daha az indirgen şeker içermelidir.

5. Cihaz ve Malzemeler

5.1. Deney tüpü, 150x20 mm

5.2. Porselen kapsül, beyaz

5.3. Analitik terazi, 0.1 mg duyarlılıkta

6. İşlem

6.1. Deney tüpüne (5.1) 5.0 g şeker örneği tartılır. 5 mL saf su eklenir, çalkalayarak (ısıtmadan) çözülür. Tam olarak 2 mL alkali bakır çözeltisi (4.3) konur, karıştırılır, kaynayan su banyosunda 5 dakika tutulur ve soğuk su banyosunda hemen soğutulur.

6.2. Tüpün içindeki çözelti beyaz porselen kaba (5.2) çok az miktarda su kullanılarak alınır, zaman geçirmeden spatül ile yaklaşık 0.1 g (3 damla) kadar indikatör çözeltisi (4.2) konur ve EDTA çözeltisi (4.1) ile titre edilir.

V_0 titrasyonda kullanılan EDTA miktarıdır. Titrasyon rengi önce yeşil, sonra gri, en sonra da mor renge dönüşür. Titrasyonun dönüm noktası mor renge dönüştüğü noktadır.

Mor renk bakır-1-oksitin bakır-II-okside olması nedeniyle yavaşça yokolur. Titrasyon dönüm noktasına hızlı bir şekilde ulaşılır.

6.3. 4.4.'de belirtildiği şekilde hazırlandığı gibi saf sakaroz'un (4.5) 5 g'ının bilinen invert şeker miktarları ile kalibrasyon grafiği çizilir. 5 mL çözelti elde etmek için soğuk su eklenir.

6.4. Hesaplama

Invert şeker miktarı Tablo 2'den veya düşük indirgen şeker içeren şekere, bilinen miktarlarda indirgen şeker ilave edilerek ve yukarıda belirtildiği şekilde analiz yapılarak çizilen kalibrasyon grafiğinden bulunur.

Invert şeker çözeltisi (4.4) litrede 0.2 g invert şeker olacak şekilde seyreltilir. % 0.020, 0.016, 0.012, 0.008, 0.004 ve 0.002 invert şeker standartlarının hazırlanması amacıyla seyreltik invert şeker çözeltisinden 5 g sakaroz için hesaplanan miktarlarda hazırlanmış temiz, kuru test tüplerine konulur. 5 mL' ye saf su ile tamamlanır. Üzerine, düşük indirgen şeker içeren sakarozdan 5 g ilave edilir ve 6.1'de belirtilen şekilde ısıtmadan çözme işlemi ile analize devam edilir.

Titrasyonda harcanan EDTA çözeltisi miktarlarıyla (mL) 5g. sakarozla ilave edilen invert şeker miktarlarına karşı bir grafik çizilir.

Çizilen grafik 0.001-0.019 g invert şeker/100 g sakaroz değerine kadar doğrusal bir ilişki gösterir.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi:

Örneğin analizi sonucunda elde edilen V mL EDTA çözeltisine karşı gelen invert şeker yüzdesi bulunur.

7.2. Invert şeker miktarı % 0.017 den yüksek olan örneklerde, örnek miktarı daha az alınır ve düşük invert şeker içeren sakaroz ilave edilerek analiz için standart 5 g lık örnek hazırlanır.

7.3. Tekrarlanabilirlik

Analiz basamaklarının doğru olarak uygulanması koşuluyla, aynı örnekte, aynı zaman diliminde, aynı laboratuvar cihaz ve koşullarında aynı kişi tarafından yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark 0.005 g invert şeker/100 g örneği geçmemelidir.

8. Not: Polarizasyon çevirme derecesine (°S) dönüştürmek için 2.889'a bölünür (Polarizasyon ortamı: 200 mm optik uzunlukta, sodyum buhar lambalı ışık kaynaklı, 20 °C oda sıcaklığında).

Tablo 2: Harcanan EDTA çözeltisine karşılık gelen invert şeker miktarı

Titrasyon Hacmi, V mL EDTA çözeltisi	Invert Şeker %
1.7-2.2	0.017
2.3-2.9	0.016
3.0-3.6	0.015
3.7-4.2	0.014
4.3-4.8	0.013
4.9-5.5	0.012
5.6-6.2	0.011
6.3-6.8	0.010
6.9-7.5	0.009
7.6-8.1	0.008
8.2-8.7	0.007
8.8-9.4	0.006
9.5-10.1	0.005
10.2-10.7	0.004
10.8-11.3	0.003
11.4-11.8	0.002

Yöntem 6. Dekstroz Eşdeğeri veya Invert Şeker Cinsinden İndirgen Şeker Tayini (Luff-Schoorl Yöntemi)

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Luff Schoorl yöntemi ile şeker çözeltisi, beyaz şeker çözeltisi, invert şeker çözeltisi, beyaz invert şeker çözeltisi, invert şeker şurubu, beyaz invert şeker şurubunda invert şeker cinsinden indirgen şeker miktarı tayin edilir.

Glukoz şurubu ve kuru glukoz şurubunda indirgen şeker miktarı, dekstroz eşdeğeri cinsinden hesaplanır ve ifade edilir.

Dekstroz monohidrat indirgen şeker miktarı, D-glukoz cinsinden ifade edilir.

2. Tanım

Invert şeker olarak ifade edilen indirgen şeker: Belirtilen yöntemle tayin edilen invert şeker, D-glukoz veya dekstroz eşdeğeri cinsinden hesaplanan veya tayin edilen indirgen şeker miktarıdır.

3. Prensipte

Yöntemin prensibi, örnekteki indirgen şekerin, belirli koşullarda kaynama noktasına kadar bakır-II çözeltisi ile ısıtılması, bakır-II- iyonlarının bir kısmının bakır-I iyonlarına indirgemesi ve çözeltide kalan bakır-II iyonlarının iyodimetrik olarak tayini esasına dayanır.

4. Reaktifler

4.1. Carrez çözeltisi I: 21.95 g çinko asetat dihidrat [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] veya 24 g çinko asetat trihidrat [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$] suda çözülür, 3 mL glasiyal asetik asit katılır, damıtık su ile 100 mL'ye tamamlanır.

4.2. Carrez çözeltisi II : 10.6 g potasyum demir-II siyanür trihidrat [$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$] suda çözülür, 100 mL'ye tamamlanır.

4.3. Luff Schoorl Reaktifi:

4.3.1. Bakır-II-sülfat çözeltisi: 25.0 g bakır sülfat, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (demir kapsamayan) 100 mL suda çözülür.

4.3.2. Sitrik asit çözeltisi: 50 g sitrik asit monohidrat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) 50 mL suda çözülür.

4.3.3. Sodyum karbonat çözeltisi: 143.8 g susuz sodyum karbonat 300 mL ılık suda çözülür, soğutulur.

4.3.4. 4.3.1, 4.3.2, ve 4.3.3 iyice karıştırılır, çözülür, litreye tamamlanır. 1 gece bekletilir, gerekirse süzülür. 6.1.'de anlatıldığı şekilde çözeltinin molaritesi kontrol edilir. (Cu 0.1 mol/L : Na₂CO₃ mol/L)

4.4. Sodyum tiyosülfat çözeltisi, Na₂S₂O₃.5H₂O, 0.1 M

4.5. Nişasta çözeltisi : 5 g çözünür nişasta 30 mL suda çözülür. Bu karışım, 1 L kaynar suya katılır, 3 dakika kaynatılır, soğutulur ve gerekli görülürse koruyucu olarak 10 mg civa iyodür, HgI₂ ilave edilir.

4.6. Sülfürik asit çözeltisi, 3 M

4.7. Potasyum iyodür çözeltisi, 30 g/100 mL

4.8. Kaynama taşı : Hidroklorik asit içinde kaynatılır, su ile yıkanır ve kurutulur.

4.9. Isopentanol

4.10. Sodyum hidroksit çözeltisi, 0.1 M

4.11. Hidroklorik asit çözeltisi, 0.1 M

4.12. Fenolftalein çözeltisi, 1 g/100 mL: 1 g fenolftalein 60 mL metil alkolde çözülür, 100 mL'ye damıtık su ile tamamlanır.

5. Sonuçların Açıklanması:

5.1. Balon, 300 mL, geri soğutucu ile kullanılabilen.

5.2. Kronometre

6. İşlem

6.1. Luff Schoorl Çözeltisinin Ayarı

6.1.1. Luff Schoorl çözeltisinden (4.3) 25 mL, 300 mL lik bir erlene alınır. 3 g potasyum iyodür çözeltisi (4.7) ve 25 mL 3 M sülfürik asit çözeltisi (4.6) eklenir. Titrasyonun sonuna doğru indikatör olarak nişasta çözeltisi (4.5) kullanılarak 0.1 M sodyum tiyosülfat (4.4) ile titre edilir.

6.1.2. 100 mL ölçülü balona 10 mL çözelti alınır ve su ile çizgisine tamamlanır. 10 mL seyreltik çözelti içinde 25 mL 0.1 M hidroklorik asit bulunan erlene alınır. Kaynar su banyosunda 1 saat bekletilir. Soğutulur. Yeni kaynamış su ile orijinal hacme tamamlanır. Fenolftalein çözeltisi (4.12) kullanılarak 0.1 M sodyum hidroksit ile titre edilir. Sodyum hidroksit miktarı 5.5 – 6.5 mL arasında olmalıdır.

6.1.3. Fenolftalein çözeltisi (4.12) kullanılarak seyreltik çözelti (6.12) 0.1 M hidroklorik asit (4.11) çözeltisi ile titre edilir. Renk mora dönüşünce titrasyona son verilir. Hidroklorik asit miktarı 6.5 – 7.5 mL arasında olmalıdır.

6.1.4. Luff Schoorl çözeltisinin (4.3) pH'ı 20 °C

'de 9.3 – 9.4 olmalıdır.

6.2. Örneğin Hazırlanması

6.2.1. 5 g örnek, 1 mg hassasiyette tartılır. 250 mL'lik ölçülü balona aktarılır. 200 mL su ilave edilir. Örnek çözeltisi bulanıksa carrez çözeltileri ile çöktürme işlemi yapılır. 5 mL Carrez I çözeltisi (4.1) 5 mL Carrez II çözeltisi (4.2) katılır ve su ile işaret çizgisine tamamlanır, karıştırılır ve süzülür.

6.2.2. Analize hazırlanan bu çözeltinin 25 mL'sinde 15 mg'dan daha az, 60 mg dan daha çok invert şeker (glukoz olarak) bulunmamalı. Gerekirse örnek seyreltilmelidir.

6.3. Titrasyon

6.3.1. 25 mL örnek çözeltisi (6.2) ve birkaç kaynama taşı erlene konur.

6.3.2. Luff Schoorl reaktifinden (4.3) bir pipetle 25 mL alınır ve dibi yuvarlak 300 mL'lik bir balona aktarılır.

6.3.3. Erlen geri soğutucuya takılır.

6.3.4. Erlen içindekilerle birlikte bunzen beki üzerindeki asbest tele konur. Alevin çapı asbest tel ile aynı olmalıdır. Kaynayan su banyosunda ısıtılır. Balon ara sıra elle döndürülerek çözelti karıştırılır.

6.3.5. Tam 10 dakika kaynatılır. Hemen akar soğuk su altında 5 dakika içinde soğutulur.

6.3.6. 10 mL potasyum iyodür çözeltisi (4.7) ve sürekli karıştırarak, aşırı köpürmeyi önlemek için azar azar olmak üzere 25 mL 3 M H₂SO₄ (4.6) katılır.

6.3.7. 0.1 M lik sodyum tiyosülfat çözeltisi (4.4) ile çözelti açık sarı renk olana kadar titre edilir. Birkaç mL nişasta indikatörü (4.5) katılır ve mavi renk kaybolana kadar titrasyona devam edilir.

6.3.8. Tanık deney: Örnek çözeltisi (6.2.2) yerine 25 mL su kullanılır.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve sonuçların hesaplanması:

Tablo 3'den 0.1 M sodyum tiyosülfat olarak iki titrasyon arasındaki farktan glukoz veya invert şeker miktarı bulunur.

Sonuçlar kuru madde de (kütle/kütle) D-glukoz veya invert şeker olarak açıklanır.

7.2. Tekrarlanabilirlik

Analiz basamaklarının doğru olarak uygulanması koşuluyla, aynı örnekte, aynı zaman diliminde, aynı laboratuvar cihaz ve koşullarında aynı kişi tarafından birbirini ardına yapılan 2 titrasyon sonucu arasındaki fark 0.2 mL'yi geçmemelidir.

8. Not: Köpürmeyi önlemek için birkaç damla köpük engelleyici (Isopentanol, 4.9) eklenir.

Tablo 3: Luff- Schoorl çözeltisine karşılık glukoz değerleri

Sodyum Tiyosülfat, 0.1 M/mL	Glukoz, Fruktoz, İnvrt şeker (C ₆ H ₁₂ O ₆)	
	mg	fark
1	2.4	-
2	4.8	2.4
3	7.2	2.4
4	9.7	2.5
5	12.2	2.5
6	14.7	2.5
7	17.2	2.5
8	19.8	2.6
9	22.4	2.6
10	25.0	2.6
11	27.6	2.6
12	30.3	2.7
13	33.0	2.7
14	35.8	2.7
15	38.5	2.8
16	41.3	2.8
17	44.2	2.9
18	47.1	2.9
19	50.0	2.9
20	53.0	3.0
21	56.0	3.0
22	59.1	3.1
23	62.2	3.1

Yöntem 7 : İnvrt Şeker Cinsinden İndirgen Şeker Tayini (Lane and Eynon Sabit Hacim Yöntemi)

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntemle şeker çözeltisi, beyaz şeker çözeltisi, invert şeker çözeltisi, beyaz invert şeker çözeltisi, invert şeker şurubu, beyaz invert şeker şurubu çözeltilerinde invert şeker cinsinden indirgen şeker miktarı belirlenir.

2. Tanım

İnvrt şeker cinsinden indirgen şeker; belirtilen yöntemle tayin edilen indirgen şeker miktarıdır.

3. PrensiP

Örnek çözeltisi kaynama noktasında metilen mavisi indikatörü kullanarak Fehling çözeltisine karşı titre edilir.

4. Reaktifler

4.1.Fehling Çözeltileri

4.1.1. Fehling A çözeltisi (Bakır sülfat çözeltisi): 69.3 g bakır sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) yeterli miktarda suda çözülür ve 1 litreye seyreltilir.

4.1.2. Fehling B çözeltisi (Alkali tartarat çözeltisi): 346.0 g potasyum sodyum tartarat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) yeterli miktarda suda çözülür. Ayrıca, 100 g NaOH yeterli miktarda suda çözülür. Bu iki çözelti karıştırılır ve damıtık su ile 1 litreye tamamlanır.

Her iki çözelti kahverengi veya amber renkli şişelerde saklanmalıdır.

4.2. Sodyum hidroksit çözeltisi, 1 M

4.3.Standart invert şeker çözeltisi, % 1 : 9.50 g saf sakaroz tartılır ve 1 litrelik ölçülü balona aktarılır, 100 ± 5 mL kadar damıtık suda çözülür. 5 mL derişik HCl (4.6) ilave edilir. Sakarozun tamamen invert şekere dönüşmesi için $20-25^\circ\text{C}$ 'de 3 gün veya $12-15^\circ\text{C}$ 'de 8 gün bekletilir. Bekleme süresi sonunda çözelti damıtık suyla 800 mL'ye seyreltilir.

2 g benzoik asit ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$) 75 mL sıcak suda çözülür, soğutulduktan sonra invert şeker çözeltisine ilave edilir ve çözelti damıtık suyla 1 litreye seyreltilir, iyice karıştırılır. Elde edilen bu çözelti 10 g/L'lik standart invert şeker çözeltisidir. Ağzı iyice kapanabilen ölçülü balonda 6 ay bozulmadan saklanabilir.

Seyreltik invert şeker çözeltisi, 2.5 g/L: Standart invert şeker çözeltisinin (4.7) 25 mL'si 100 mL'lik ölçülü balona pipetle aktarılır, 2 damla fenolftalein çözeltisi (4.5) eklenir ve açık pembe renk görölüne kadar 1 M NaOH çözeltisi (4.2) katılır. 1-2 damla 0.5 M HCl çözeltisi ilavesiyle çözeltinin pembe rengi kaybolur. Çözelti sonuçta damıtık suyla işaret çizgisine tamamlanır ve karıştırılır. Elde edilen bu çözelti 2.5 g/L'lik standart invert şeker çözeltisidir. Kullanılmadan hemen önce hazırlanmalıdır.

4.4. Metilen mavisi çözeltisi, % 1.

5. Cihaz ve Malzemeler

5.1. Balon, dar boyunlu, ısıya dayanıklı, 500 mL

5.2. Büret, 50 mL, 0.05 mL dereceli

5.3.Pipet, 20, 25 ve 50 mL

5.4.Ölçülü balon, tek işaretli, 250, 1000 ve 2000 mL

5.5.Isıtma düzeneği, 6.1'deki koşullara uygun kaynama sağlayacak özellikte olmalı, titrasyon bitiş noktasının belirlenmesi için balon ısı kaynağından ayrılmamalıdır.

5.6. Kronometre, 1 saniyeye ayarlanabilen.

6. İşlem

6.1. Fehling Çözeltisinin Ayarlanması

6.1.1.50 mL Fehling B çözeltisi ve sonra 50 mL Fehling A çözeltisi erlene aktarılır ve karıştırılır.

6.1.2.Bürete % 0.25'lik (0.25 g/100 mL) standart invert şeker çözeltisi (4.3) konulur.

6.1.3.500 mL'lik balona 20 mL Fehling A+B karışımı aktarılır. 15 mL su eklenir. Büretten 39 mL invert şeker çözeltisi eklenir. Birkaç kaynama taşı eklenir. Zaman zaman karıştırılır.

6.1.4.Balon içeriği kaynayınca kadar ısıtılır. 2 dakika kaynatılır. Tüm işlemler kaynar halde iken yapılır. 2 dakika kaynama süresi sonunda 3-4 damla metilen mavisi çözeltisi (4.4) eklenir. Çözelti mavi renge dönüşür.

6.1.5. Büretten 0.1 mL miktarlarda katılarak işleme devam edilir. Titrasyonun dönüm noktası, mavi rengin kaybolması ve çöken bakır-I-oksidin kırmızı renginin net olarak ortaya çıkması ile belirlenir.

6.1.6. Titrasyon dönüm noktasına kaynamaya başladıktan sonra 3 dakika içinde ulaşılmalıdır. Son hacim (V_0) 3.7 ile 4.7 mL arasında olmalıdır. Bu sınırlar dışında ise Fehling A (4.1.1) çözeltisinin bakır konsantrasyonu ayarlanır ve ayarlama işlemi tekrarlanır.

6.2. Örnek Çözeltisinin Hazırlanması

Örnek çözeltisi, 100 mL'sinde 250-400 mg invert şeker olacak şekilde hazırlanır.

6.3.Ön Deneme

6.3.1. Ön deneme titrasyonun son noktasında toplam hacim 75 mL olacak şekilde Fehling A+B çözeltisinin 20 mL'sine eklenecek su ve örnek çözeltisi miktarını belirlemek için yapılır. Standart invert şeker çözeltisi yerine 25 mL örnek çözeltisi ve 15 mL su kullanılarak 6.1. de verilen işlemler uygulanır.

6.3.2. 3-4 damla metilen mavisi çözeltisinin eklenmesinden sonra balonda kırmızımsı renk oluşursa, örnek çözeltisinin beklenenden fazla konmuş olduğu anlaşılır. Bu durumda, deneme daha düşük konsantrasyonda hazırlanan örnek çözeltisiyle tekrarlanır. Eğer kırmızımsı rengin oluşması için 50 mL'den fazla örnek çözeltisine gereksinim varsa derişik bir örnek çözeltisi hazırlanması gerektiğini gösterir.

Eklencek su miktarı; Fehling A+B çözeltisi (20 mL) ve örnek çözeltisi miktarının (mL) 75 mL'den çıkarılmasıyla bulunur.

6.4. Analizin Yapılması

6.4.1. Ateşe dayanıklı 500 mL'lik balona, 20 mL ayarı kontrol edilmiş Fehling A+B çözeltisi ve 6.3'de hesaplanan miktarda su alınır.

6.4.2. Üzerine, titrasyonun son noktasına en çok 1 mL kalacak şekilde örnek çözeltisinden (6.3'de tayin edilen miktar dikkate alınarak) ilave edilir. 3-5 adet cam boncuk konur. Karıştırılır.

Titrasyona 6.1'de verildiği şekilde devam edilir. Titrasyon dönüm noktasına metilen mavisi eklenmesinden 1 dakika sonra ulaşılmalıdır. Harcanan örnek çözeltisi miktarı kaydedilir. (V_1) Titrasyon paralel yapılmalıdır.

7. Sonuçlar

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi

Örneğin indirgen şeker miktarı invert şeker cinsinden yüzde olarak aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\frac{V_0 \times 25 \times f}{V_1 \times C_1}$$

f : Örnek çözeltisinde bulunan sakaroz miktarına bağlı düzeltme faktörü; Tablo 4'de verilmiştir. Gerekirse ara değer bulma yöntemi uygulanır.

C_1 : Örnek çözeltisinin konsantrasyonu, g/100 mL

V_1 : Titrasyonda kullanılan örnek çözeltisinin hacmi, mL

V_0 : Titrasyonda kullanılan standart invert şeker çözeltisinin hacmi, mL

Tablo 4: Örnek çözeltisinde bulunan sakaroz miktarına bağlı düzeltme faktörü

6.4'deki deney çözeltisinde bulunan sakaroz, g	Düzeltilme faktörü, f
0,0	1,000
0,5	0,988
1,0	0,975
2,0	0,950
3,0	0,934
4,0	0,917
5,0	0,906
6,0	0,894
7,0	0,884
8,0	0,874
9,0	0,865
10,0	0,856
12,0	0,844
14,0	0,829
16,0	0,816
18,0	0,805

20,0

0,794

Not: Yaklaşık sakaroz konsantrasyonu, invert şekere bağlı olarak çözünmüş katı madde ile bulunur. Bu değer, Bu Tebliğin 3 üncü yönteminde anlatıldığı gibi kırılma indisi ile bulunur.

7.2. Tekrarlanabilirlik

Analiz basamaklarının doğru olarak uygulanması koşuluyla, aynı örnekte, aynı zaman diliminde, aynı laboratuvar cihaz ve koşullarında aynı kişi tarafından birbiri ardına yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark aritmetik ortalamalarının % 1.00'ini geçmemelidir.

Yöntem 8: Dekstroz Eşdeğerinin Tayini (Lane and Eynon Yöntemi)

1. Uygulama Alanı ve Amacı

Bu yöntem, glukoz şurubu, kurutulmuş glukoz şurubu, dekstroz monohidrat, susuz dekstroza dekstroz eşdeğerini belirler.

2. Tanım

2.1. İndirgen şeker; susuz dekstroz (D – Glukoz) olarak tayin edilen invert şeker miktarının belirtilen yöntemle saptanmasıdır

2.2. Dekstroz eşdeğeri; örneğin kuru maddede kütlece yüzde olarak ifade edilen indirgeme gücüdür.

3. Prensiptir

Örneğin, metilen mavisini indikatörü kullanılarak belirli koşullar altında, Fehling çözeltilerine karşı kaynama noktasında titre edilmesidir.

4. Reaktifler

4.1. Fehling çözeltileri:

4.1.1. Çözelti A: Bir miktar suda 69.3 g bakır II sülfat pentahidrat ($\text{Cu}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) çözülür ve hacmi 1000 mL'ye tamamlanır.

4.1.2. Çözelti B: Yeteri kadar suda 346.0 g sodyum potasyum tartarat tetrahidrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ve 100 g sodyum hidroksit çözülür. Hacmi 1000 mL'ye tamamlanır. Çözeltide zamanla tortu oluşması önlenir.

Not: Bu iki çözelti (4.1.1 ve 4.1.2), kahverengi veya amber renkli şişelerde saklanmalıdır.

4.1.3. Fehling çözeltileri karışımının hazırlanması:

Kuru, temiz bir behere önce 50 mL Fehling B çözeltisi (4.1.2), ardından 50 mL Fehling A (4.1.1) çözeltisi pipetle alınır.

Not: Fehling çözeltisi karışımı bekletilmemeli, günlük hazırlanarak standardize edilmelidir.

4.2. Susuz dekstroz (D-glukoz) ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$): Bu madde kullanılmadan önce 100 ± 1 °C veya daha düşük sıcaklıkta ve yaklaşık 10 kPa (103 mbar) basınç altında vakumlu etüvde 4 saat boyunca kurutulur.

4.3. Standart dekstroz çözeltisi, 0.600 g/100mL : 0,1 mg duyarlılıkla 0.6 g susuz dekstroz (4.2) tartılır, bir miktar suda çözülerek çözelti 100 mL'lik balon jojeye aktarılır. (5.4) 100 mL işaret çizgisine kadar seyreltilir ve karıştırılır.

Bu çözelti, kullanılacağı gün taze olarak hazırlanmalıdır.

4.4. Metilen mavisini çözeltisi; 0,1 g/100mL, 100 mL suda 0,1 g metilen mavisini çözülür.

5. Cihaz ve Malzemeler

5.1. Kaynatma balonu, dar boyunlu, 250 mL'lik.

5.2. Büret, 50 mL, musluklu ve dirsek uçlu, 0.05 mL bölmeli.

5.3. Pipet, 25 mL ve 50 mL, tek işaretli.

5.4. Balon joje, 100 mL ve 500 mL. kapasiteli.

5.5. Isıtma cihazı, 6.1'deki koşullara göre kaynatmaya uygun, erlen ısı kaynağından ayırmadan renk değişimi gözlemlenebilen (6.1, Not 3).

5.6. Kronometre, saniye bölmeli.

6. İşlem

6.1. Fehling çözeltisinin standardizasyonu.

6.1.1. Temiz, kuru bir erlene pipetle 25 mL Fehling çözeltisi (4.1.3) konulur.

6.1.2. Büret, (5.2) standart dekstroz çözeltisi (4.3) ile doldurulur ve sıvı sütununun bombesi sıfır işaretine ayarlanır.

6.1.3. Büretten balona 5.1) 18 mL standart dekstroz çözeltisi (4.3) boşaltılır. Şişe içeriği çalkalanarak karıştırılır.

6.1.4. Erlen, 120 ± 15 saniye içinde kaynama başlayacak şekilde önceden ayarlanan ısıtma cihazına (5.5) konur. Isıtma cihazı titrasyon boyunca bir daha ayarlanmaz (bkz Not 1).

6.1.5. Kaynama başlayınca kronometre sıfırdan başlatılır.

6.1.6. Erlen içeriği 120 saniye boyunca kaynatılır. Bu sürenin sonuna doğru 1 mL metilen mavisini çözeltisi (4.4) eklenir.

6.1.7. 120 saniyelik kaynama süresinin sonunda, erlene (5.1.), metilen mavisini kaybolana dek büretten (6.1.2) 0.5 mL'lik damlalar halinde standart dekstroz çözeltisi eklenir (bkz Not 2 ve 3).

Sondan bir önceki 0.5 mL dahil olmak üzere, eklenen standart dekstroz çözeltisinin hacmi kaydedilir (X mL).

6.1.8. 6.1.1 ve 6.1.2 tekrarlanır.

6.1.9. Balona büret ile (X – 0.3) mL standart dekstroz çözeltisi konulur.

6.1.10. 6.1.4, 6.1.5, 6.1.6 tekrarlanır.

6.1.11. 120 saniyelik kaynama süresinin sonunda; standart dekstroz çözeltisi başlangıçta, her seferde 0.2 mL, daha sonra metilen mavisinin renginin değiştiği ana kadar damla damla büretten balona (5.1) eklenir.

Bu işlemin sonuna doğru standart dekstroz çözeltisinin damlatılma aralığı 10-15 saniye olmalıdır.

Bu ekleme, toplam kaynama süresi 180 saniyeyi aşmayacak şekilde, 60 saniye içinde tamamlanmalıdır.

Bu süreyi ayarlayabilmek için, başlangıçta eklenen standart dekstroz çözeltisinin (6.1.9) bir miktar daha fazlası konarak üçüncü bir titrasyon yapılması gerekebilir.

6.1.12. Son titrasyonun bitiş anına dek harcanan standart dekstroz çözeltisi hacmi (V_0 mL) kaydedilir (Not 4).

6.1.13. V_0 , 19.0 – 21.0 standart dekstroz çözeltisi (4.3) aralığında olacaktır. V_0 bu aralığın dışında ise Fehling A çözeltisinin (4.1.1) konsantrasyonu ayarlanarak standardizasyon işlemi tekrarlanır.

6.1.14. Karışık Fehling çözeltisinin günlük standardizasyonu için, $V_{0\text{tam}}$ olarak bilindiğinden, başlangıçta ($V_0 - 0.5$) mL standart dekstroz çözeltisi eklenerek tek bir titrasyon yapılır.

Not 1: Bu, kaynama başladığında titrasyon süresince buharın canlı ve sürekli çıkışını sağlar, dolayısıyla erlene hava girişini ve erlen içeriğinin oksidasyonunu önler.

Not 2: Metilen mavisinin renk değişimi, dipteki bakır-I-oksitten uzak olacağı için en iyi şekilde yüzeyde ve sıvı sütununun bombesinde izlenir. Rengin kaybolması, indirekt aydınlatma altında daha kolay gözlemlenir. Erlenin arkasında beyaz bir pano bulundurulması renk dönüşümünün görülmesini kolaylaştırır.

Not 3: Tayin sırasında, büret ısı kaynağından mümkün olduğunca uzak tutulmalıdır.

Not 4: Kişisel etkenleri önlemek için, her analizci kendi standardizasyonunu yapar ve hesaplarda kendi V_0 değerini kullanır.

6.2. Örneğin analize hazırlanması

6.2.1. Hazırlanan örneğin indirgeme gücü (2.1) bilinmiyorsa, bunun için uygun bir değer elde edebilmek amacıyla, örnek miktarının (6.3) hesaplanabilmesi için aşağıdaki gibi bir ön hazırlık incelemesi gereklidir.

6.2.2. "Z"nin tahmini bir değeri olması için, örneğin % 2 (kütle/hacim) çözeltisi hazırlanır.

6.2.3. Standart dekstroz çözeltisi yerine 6.2.2.'deki örnek çözeltisi kullanarak 6.1.2. tekrarlanır.

6.2.4. 6.1.1. tekrarlanır.

6.2.5. 18.0 mL standart dekstroz çözeltisi yerine 10.0 mL örnek çözeltisi kullanarak 6.1.3. tekrarlanır.

6.2.6. 6.1.4. tekrarlanır.

6.2.7. Balon kaynayana dek ısıtılır. 1 mL metilen mavisini çözeltisi (4.4) eklenir.

6.2.8. Kaynamanın başladığı anda kronometre (5.6) sıfırdan başlatılır ve erlene büretle yaklaşık 10 saniyede bir 1.0 mL'lik partiler halinde örnek çözeltisi, metilen mavisini rengi kaybolana dek eklenir.

Sondan bir önceki 1 mL dahil olmak üzere harcanan örnek çözeltisi hacmi kaydedilir (Y mL).

6.2.9. "Y", 50 mL'yi geçmemelidir. Geçerse, örnek çözeltisinin konsantrasyonu artırılarak titrasyon tekrarlanır.

6.2.10. Örneğin yaklaşık indirgeme gücü, kütlece yüzde olarak aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$60 \times V_0$$

$$Y \times Z$$

6.3. Örnek Miktarı

Hesaplama indirgeme gücünün (2.1) yaklaşık değeri veya 6.2.10.'da bulunan değer kullanılarak tespit edilmiş, susuz dekstroz (D-glukoz) olarak ifade edilen indirgen şekerlerden 2.85 - 3.15 g içeren bir miktar örnek 0.1 g duyarlılıkla tartılır (m).

6.4. Analiz çözeltisi

Örnek suda çözündürerek 500 mL'ye tamamlanır.

6.5. Tayin

6.5.1. 6.1.1.'deki gibi.

6.5.2. Büret, (5.2) analiz çözeltisi (6.4) ile doldurulur ve sıvı sütununun bombesi sıfır çizgisine ayarlanır.

6.5.3. Büretten balona 18.5 mL analiz çözeltisi aktarılır. Çalkalayarak karıştırılır.

6.5.4. 6.1.4.'deki gibi.

6.5.5. 6.1.5.'deki gibi.

6.5.6. 6.1.6.'daki gibi.

6.5.7. Standart dekstroz çözeltisi yerine analiz çözeltisi kullanarak 6.1.7.'deki gibi.

6.5.8. 6.1.8.'deki gibi.

6.5.9. Standart dekstroz çözeltisi yerine analiz çözeltisi kullanarak 6.1.9.'daki gibi.

6.5.10. 6.1.10.'daki gibi.

6.5.11. Standart dekstroz çözeltisi yerine analiz çözeltisi kullanarak 6.1.11.'deki gibi.

6.5.12. Titrasyonun dönüm noktasına kadar harcanan analiz çözeltisi hacmi kaydedilir (V₁).

6.5.13. V₁, 19.0 – 21.0 mL analiz çözeltisi aralığında olmalıdır. Aksi halde, analiz çözeltisinin konsantrasyonu artırılarak 6.5.1.'den 6.5.12.'ye kadar tekrarlanır.

6.5.14. Aynı analiz çözeltisinden iki tayin yapılır.

6.6. Kuru madde içeriği: hazırlanmış örneğin kuru madde içeriği yöntem 2 ile tayin edilir.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formüller ve hesaplama yöntemi

7.1.1. İndirgeme gücü

Örneğin indirgeme gücü, kütlece yüzde olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$300 \times V_0$$

$$V_1 \times m$$

V₀ = standardizasyon titrasyonunda (6.1) kullanılan standart dekstroz çözeltisi hacmi, mL

V₁ = Titrasyonunda kullanılan deney çözeltisi hacmi, mL

m = 500 mL deney çözeltisi yapmak için kullanılan örnek miktarı, g

7.1.2. Dekstroz eşdeğeri

Dekstroz eşdeğeri, örnekteki kuru maddenin yüzdesi olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$R_p \times 100$$

$$D$$

R_p = örneğin kütle yüzdesi olarak hesaplanan indirgeme gücü (7.1.1).

D = örneğin kütlece yüzdesi olarak kuru madde içeriği, g

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı zaman diliminde veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin % 1'ini aşmamalıdır.

Yöntem 9: Sülfat Külü Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntem, glukoz şurubu, kurutulmuş glukoz şurubu, dekstroz monohidrat ve susuz dekstrozda sülfat külü miktarını belirler.

2. Tanımlar:

“Sülfat külü içeriği”: açıklanan yöntemle belirlenen sülfat külü miktarıdır.

3. Prensipte:

Analiz örneğinin kalıntı kütlesi, sülfürik asit varlığında, 525 °C

'da yükseltgen ortamda kül edilerek ve örnek miktarının yüzdesi olarak hesaplanır.

Reaktifler:

4.1. Sülfürik asit çözeltisi: 300 mL su üzerine, 100 mL derişik sülfürik asit (yoğunluğu 20 °C 'da d = 1,84 g/mL; % 96 m/m)

kariştirarak ve soğutarak yavaş ve dikkatli bir şekilde katılır.

5. Sonuçların Açıklanması:

5.1. Kül fırını, elektrikli, pirometre bağı ve 525 ± 25 °C'a ayarlanabilen.

5.2. Analitik terazi, 0.1 mg duyarlılıklı

5.3. Kül krozesi, uygun kapasitede, platin veya kuvarztz.

5.4. Desikatör, yeni aktive edilmiş silika jel veya dengi nem çekici bir madde ve nemi belirleyici indikatör içeren.

6. İşlem:

Kroze ısıtılır (5.3.). Kül etme sıcaklığına getirilir, desikatörde soğutulur ve tartılır. 5 g glukoz şurubu veya kuru glukoz şurubu, veya 10 g dekstroz monohidrat, veya susuz dekstroz kroze konulur. Yaklaşık 0.1 mg duyarlılıkla tartılır. 5 mL sülfürik asit çözeltisi (4.1.) (bakınız not 8.1) eklenir ve örnek dikkatlice kroze içinde ısıtılır. Isıtma tablası veya ateş üzerinde tamamen karbonlaşınca kadar yapılır. Bu karbonizasyon işleminde örnekten buhar çıkmaya başladığı anda (Not 8.2.) kroze kapağı dikkatlice kapatılır. Kroze (5.3) 525± 25°C

'daki kül fırınına konur (5.1.) ve işleme beyaz kül elde edene kadar devam edilir. Bu işlem yaklaşık 2 saatte tamamlanır.(Not 8.3) Örnek 30 dakika kadar desikatörde (5.4.) soğutulur ve sonra tartılır.

7. Sonuçların Açıklanması

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi: Sülfat külü miktarı, kütlece yüzde olarak aşağıdaki gibi hesaplanır:

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

$$m_0$$

m_1 = Kül miktarı,g.

m_0 = Örnek miktarı,g.

7.2. Tekrarlanabilirlik:

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı zaman diliminde veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, bunların aritmetik ortalamalarının % 2'ini aşmamalıdır.

8. Notlar

8.1. Aşırı köpüklenmenin önlenmesi için az miktarlarda sülfürik asit eklenir.

8.2. örneğin kabarak kül kaybını önlemek için gerekli önlemler, ilk karbonizasyonda alınır.

8.3. Eğer örneğin tümüyle karbonizasyonu çok zor ise (siyah parçalar kalıyorsa) kroze, kül fırınından uzaklaştırılmalıdır, kalıntı nemlendirilmeli ve soğutulduktan sonra birkaç damla su ilave edilip, kül fırınına konmalıdır.

Yöntem 10: Polarizasyon Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu yöntem, yarı beyaz şeker, şeker veya beyaz şeker, rafine şekerde polarizasyonu belirler.

2. Tanım:

Polarizasyon, polarize ışık düzleminin 200 mm uzunluğunda bir tüpte bulunan, % 26 (kütle/hacim)'lik şeker çözeltisi tarafından çevirmesidir.

3. Prensip:

Polarizasyon; aşağıdaki yöntemde belirtildiği gibi polarimetre veya sakarimetre kullanılarak tayin edilir.

4. Reaktifler:

4.1. Berraklaştırma çözeltisi, bazik kurşun asetat çözeltisi: 560 g kuru bazik kurşun asetat yaklaşık 1000 mL yeni kaynamış suya eklenir. Karışım 30 dakika kaynatılır ve 1 gece bekletilir.

Çökelti üzerinde kalan berrak çözelti başka bir yere alınır ve bu çözelti 20 °C 'da yoğunluğu 1.25 g/mL olacak şekilde yeni kaynatılıp, soğutulmuş su ile seyreltilir.

Çözeltinin hava ile teması önlenmelidir.

4.2. Dietil eter

5. Sonuçların Açıklanması:

5.1. 26 g sakaroz için derecelendirilmiş polarimetre veya sakarimetre: Bu cihaz, sıcaklığı 20 °C 'a ayarlanmış bir odaya yerleştirilir. Cihazın kalibrasyonu standart tüplerle yapılır.

5.2. Işık kaynağı, sodyum buharlı lambası

5.3. Polarimetre tüpleri, uzunluğu 200 mm, hata payı ± 0.02 mm'yi geçmeyen.

5.4. Analitik terazi, 0.1 mg duyarlılıklı

5.5. Balon joje, 100 mL, 100.00 ± 0.01 mL doğrulukta olan balon jojeler düzeltmeye gerek duyulmadan kullanılır. Bu sınırlar dışındaki balon jojelerde 100 mL'e göre gerekli düzeltmeler yapılmalıdır.

5.6. Su banyosu, termostatl, $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$

6. İşlem:

6.1. Çözeltinin hazırlanması: Mümkün olduğu kadar çabuk 26 ± 0.002 g örnek tartılır ve 100 mL hacimli balon jojeye (5.5) aktarılır. Yaklaşık 60 mL su eklenir. Isıtılmadan çalkalayarak çözülür. Berraklaştırma gerekli ise 0.5 mL kurşun asetat (4.1) eklenir.

Çözelti balon jojede döndürerek karıştırılır, balon jojenin duvarları yıkanır. Hacim, kalibrasyon çizgisinin yaklaşık 10 mm aşağısına tamamlanır.

Şeker çözeltisinin sıcaklığı sabitleninceye kadar balon sıcaklığı $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 'e ayarlanmış su banyosunda (5.6) bekletilir. Sıvı yüzeyinde oluşan hava kabarcıklarını gidermek için 1 damla etil eter damlatılır.

6.2. Polarizasyon: Bütün işlemlerde sıcaklık $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ olmalıdır.

6.2.1. Cihazın sıfır ayarı yapılır.

6.2.2. Örnek filtre kağıdından süzülür. Süzüntünün ilk 10 mL'si atılır. Sonraki 50 mL süzüntü toplanır.

6.2.3. Polimetre tüpü hazırlanan örnek çözeltisi (6.2.2) ile iki kez yıkanır.

6.2.4. Tüp hazırlanan çözelti ile $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 'da dikkatlice doldurulur. Hava kabarcıkları hafif titreştirilerek uzaklaştırılır. Tüp cihaza yerleştirilir.

6.2.5. 0.05°S veya 0.02°S çevirme açısında çevrim derecesi ölçülür. İşlem 4 kez daha tekrarlanır. Beş okumanın ortalaması alınır.

7. Sonuçların Açıklanması :

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi

Sonuçlar 0.1°S duyarlılıkla $^\circ\text{S}$ derece cinsinden hesaplanır. Açısal dereceleri $^\circ\text{S}$ 'e çevirmek için aşağıdaki formül kullanılır:

$$^\circ\text{S} = \text{Açısal derece} \times 2.889$$

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı zaman diliminde veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark alınır ve her beş okuma arasındaki fark, 0.10°S 'yi geçmemelidir.