

ERSTE RICHTLINIE DER KOMMISSION

vom 26. Juli 1979

zur Festlegung gemeinschaftlicher Analysemethoden für die Kontrolle von zur menschlichen Ernährung bestimmten Zuckerarten

(79/796/EWG)

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Richtlinie 73/437/EWG des Rates vom 11. Dezember 1973 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für einige zur menschlichen Ernährung bestimmte Zuckerarten ⁽¹⁾, insbesondere auf Artikel 11,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Artikel 11 der obengenannten Richtlinie bestimmt, daß die Zusammensetzung bestimmter Zuckerarten aufgrund gemeinschaftlicher Analysemethoden nachgeprüft wird. Eine erste Reihe von Methoden, deren Untersuchung abgeschlossen ist, sollte erlassen werden.

In der Anlage zur Richtlinie 73/437/EWG werden festgelegt: die Methode zur Untersuchung des Farbtyps von Zucker oder Weißzucker und von raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker; die Methode zur Bestimmung der Leitfähigkeitsasche in raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker, in Flüssigzucker, Invertflüssigzucker und Invertzuckersirup; die Methode zur Untersuchung der Farbe der Lösung von raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker und von Flüssigzucker.

Bis zur Festlegung anderer gemeinschaftlicher Methoden zur Ermittlung der reduzierenden Zucker soll den Mitgliedstaaten die Möglichkeit belassen bleiben, weiterhin die Lane-Eynon-Methode (Methoden 7 und 8, Anlage II, Nr. III.3 und III.4) anstelle der Luff-Schoorl-Methode (Methode 6 von Anlage II Nr. III.3 und III.4) anzuwenden.

Die in dieser Richtlinie enthaltenen Analysemethoden entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Lebensmittelausschusses —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

Artikel 1

(1) Die Mitgliedstaaten schreiben vor, daß die für die Nachprüfung der in Anlage I aufgeführten Kriterien notwendigen Analysen nach den in Anlage II dieser Richtlinie beschriebenen Methoden durchgeführt werden.

(2) Vorbehaltlich nachstehendem Satz 2 ist die Methode Luff-Schoorl (Anlage II, Methode 6) zur Bestimmung der reduzierenden Zucker bei folgenden Zuckerarten anzuwenden:

- Flüssigzucker,
- weißem Flüssigzucker,
- Invertflüssigzucker,
- weißem Invertflüssigzucker,
- Invertzuckersirup,
- weißem Invertzuckersirup,
- Glukosesirup,
- getrocknetem Glukosesirup,
- Dextrosemonohydrat,
- wasserfreier Dextrose.

Die Mitgliedstaaten können jedoch innerhalb ihres Hoheitsgebiets die Anwendung der Methode Lane-Eynon (Anlage II, Methode(n) 7 und/oder 8) zur Bestimmung der reduzierenden Zucker in einem oder mehreren der oben angeführten Zuckerarten vorschreiben.

(3) Falls ein Mitgliedstaat von der in Absatz 2 Satz 2 vorgesehenen Möglichkeit Gebrauch macht, teilt er dies unverzüglich der Kommission und den übrigen Mitgliedstaaten mit.

Artikel 2

Die Mitgliedstaaten erlassen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften, um dieser Richtlinie spätestens achtzehn Monate nach ihrer Bekanntgabe nach-

⁽¹⁾ ABL Nr. L 356 vom 27. 12. 1973, S. 71.

zukommen. Sie setzen die Kommission unverzüglich davon in Kenntnis.

Brüssel, den 26. Juli 1979

Artikel 3

Diese Richtlinie ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Für die Kommission

Étienne DAVIGNON

Mitglied der Kommission

ANLAGE I

ANWENDUNGSBEREICH DER GEMEINSCHAFTLICHEN ANALYSEMETHODEN FÜR
EINIGE FÜR DIE MENSCHLICHE ERNÄHRUNG BESTIMMTE ZUCKERARTEN

I. Bestimmung des Masseverlustes durch Trocknung bei:

- Halbweißzucker
 - Zucker oder Weißzucker
 - raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker
- } Anlage II
Methode 1

II. Bestimmung der Gesamttrockenmasse in:

- II.1. — Glukosesirup
 - getrocknetem Glukosesirup
 - Dextrose, kristallwasserhaltig, oder Traubenzucker, kristallwasserhaltig
 - wasserfreier Dextrose oder Traubenzucker, kristallwasserfrei
 - II.2. — Flüssigzucker oder weißem Flüssigzucker
 - Invertflüssigzucker oder weißem Invertflüssigzucker
 - Invertzuckersirup oder weißem Invertzuckersirup
- } Anlage II
Methode 2
- } Anlage II
Methode 3

III. Bestimmung des Gehalts an reduzierenden Zuckern in:

- III.1. — Halbweißzucker
 - III.2. — Zucker oder Weißzucker
 - raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker oder Raffinade
 - III.3. — Flüssigzucker
 - weißem Flüssigzucker
 - Invertflüssigzucker
 - weißem Invertflüssigzucker
 - Invertzuckersirup oder weißem Invertzuckersirup
 - III.4. — Glukosesirup
 - getrocknetem Glukosesirup
 - Dextrose, kristallwasserhaltig, oder Traubenzucker, kristallwasserhaltig
 - wasserfreier Dextrose oder Traubenzucker, kristallwasserfrei
- } Anlage II
Methode 4
- } Anlage II
Methode 5
- } Anlage II
Methode 6 oder 7
- } Anlage II
Methode 6 oder 8

IV. Bestimmung der Sulfatasche von:

- Glukosesirup
 - getrocknetem Glukosesirup
 - Dextrose, kristallwasserhaltig, oder Traubenzucker, kristallwasserhaltig
 - wasserfreier Dextrose oder Traubenzucker, kristallwasserfrei
- } Anlage II
Methode 9

V. Bestimmung des Drehvermögens (Polarisation) von:

- Halbweißzucker
 - Zucker oder Weißzucker
 - raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker bzw. Raffinade
- } Anlage II
Methode 10

ANLAGE II

ANALYSEMETHODEN FÜR DIE BESTIMMUNG DER ZUSAMMENSETZUNG EINIGER FÜR
DIE MENSCHLICHE ERNÄHRUNG BESTIMMTER ZUCKERARTEN

EINLEITUNG

1. Herstellung der Analysenprobe

Die Laborprobe muß vor der Analyse sorgfältig homogenisiert werden.

Für die Analyse wird eine Menge von mindestens 200 g entnommen und sofort in ein trockenes, luftdicht verschließbares Behältnis gegeben.

2. Reagenzien und Geräte

Bei der Aufzählung der benötigten Geräte werden nur die erwähnt, die besondere Ausführungen aufweisen oder bestimmten Anforderungen genügen müssen.

Bei der Erwähnung von *Wasser* handelt es sich immer um *destilliertes* oder wenigstens *gleichwertiges entmineralisiertes Wasser*.

Sofern nicht anderweitig spezifiziert, müssen alle Reagenzien analysenreine Qualität besitzen.

Die Angabe von Lösungen bezieht sich, sofern nicht ein anderes Lösungsmittel angegeben ist, stets auf wäßrige Lösungen.

3. Darstellung der Ergebnisse

Das im Analyseprotokoll angegebene Ergebnis stellt den Mittelwert aus mindestens zwei Bestimmungen mit zufriedenstellender Wiederholbarkeit dar.

Außer bei besonderen Vorschriften wird das Ergebnis in Prozent (m/m) der Originalprobe, wie sie im Laboratorium eintraf, angegeben.

Das Ergebnis ist mit nicht mehr Stellen nach dem Komma anzugeben, als die Genauigkeit des Analysenverfahrens zuläßt.

METHODE 1

BESTIMMUNG DES MASSEVERLUSTES DURCH TROCKNUNG

1. Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren ermöglicht die Bestimmung des Masseverlustes durch Trocknung bei:

- Halbweißzucker,
- Zucker oder Weißzucker,
- raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker.

2. Definition

Masseverlust durch Trocknung wird durch Anwendung der nachstehend beschriebenen Methode bestimmt.

3. Prinzip

Der Masseverlust durch Trocknung wird durch Trocknung bei 103 ± 2 °C bestimmt.

4. Geräte

- 4.1. Analysenwaage mit 0,1 mg Ablesegenauigkeit.
- 4.2. Trockenschrank mit guter Ventilation und schnell wirkender Temperaturregelung bei 103 ± 2 °C.
- 4.3. Metallschale mit flachem Boden (Metall, das unter den Versuchsverhältnissen nicht angegriffen wird), einem Durchmesser von mindestens 100 mm und einer Höhe von mindestens 30 mm.

- 4.4. Exsikkator mit trockenem, frisch aktiviertem Kieselgel oder einem gleichwertigen Trockenmittel, das einen Feuchtigkeitsindikator enthält.

5. Verfahren

Anmerkung:

Die unter 5.3 bis 5.7 beschriebenen Verfahren sind sofort nach Öffnung der die Proben enthaltenden Behältnisse durchzuführen.

- 5.1. Die Schale (4.3) wird im Trockenschrank (4.2) bei 103 ± 2 °C bis zur konstanten Masse getrocknet.
- 5.2. Die Schale wird im Exsikkator (4.4) (mindestens 30 bis 35 Minuten) abgekühlt und auf 0,1 mg genau gewogen.
- 5.3. Etwa 20 bis 30 g der Probe werden auf 0,1 mg genau in die Schale eingewogen.
- 5.4. Die Schale mit Inhalt wird sodann 3 Stunden lang im Trockenschrank (4.2) bei einer Temperatur von 103 ± 2 °C aufbewahrt.
- 5.5. Die Schale wird im Exsikkator (4.4) abgekühlt und auf 0,1 mg genau gewogen.
- 5.6. Die Schale wird erneut für mindestens 30 Minuten in dem Trockenschrank (4.2) bei 103 ± 2 °C aufbewahrt. Man läßt im Exsikkator (4.4) abkühlen und wiegt auf 0,1 mg genau. Dieser Vorgang wird wiederholt, wenn der Unterschied zwischen zwei aufeinanderfolgenden Wägungen mehr als 1 mg beträgt. Sollte sich eine Massenerhöhung ergeben, so ist die Bestimmung zu wiederholen.
- 5.7. Die gesamte Trockenzeit darf 4 Stunden nicht übersteigen.

6. Darstellung der Ergebnisse

6.1. Formel und Berechnung der Ergebnisse

Der Masseverlust durch Trocknung, in Masse-Prozent der Probe, ergibt sich aus folgender Formel:

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

hier bedeuten:

m_0 = die ursprüngliche Masse der Versuchsprobe in Gramm,

m_1 = die Masse der getrockneten Versuchsprobe in Gramm.

6.2. Wiederholbarkeit

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 0,02 g auf 100 g der Probe betragen.

METHODE 2

BESTIMMUNG DER TROCKENMASSE

(Vakuumentrocknung)

1. Zweck und Anwendungsbereich

Die Methode ermöglicht die Bestimmung des Gehalts an Trockenmasse bei:

- Glukosesirup,
- getrocknetem Glukosesirup,
- Dextrose, kristallwasserhaltig, oder Traubenzucker, kristallwasserhaltig,
- wasserfreier Dextrose oder Traubenzucker, kristallwasserfrei.

2. Definition

Der Trockenmassegehalt wird durch Anwendung der nachstehend beschriebenen Methode erhalten.

3. Prinzip

Die Bestimmung des Masseverlustes durch Trocknung erfolgt, indem man eine verdünnte und bei Glukosesirup und getrocknetem Glukosesirup mit Kieselgur gemischte Versuchsprobe im Vakuumtrockenschrank bei einem Druck von höchstens 3,3 kPa (34 mbar) und einer Temperatur von $70 \pm 1^\circ\text{C}$ trocknet.

4. Reagenzien

- 4.1. Kieselgur für Analysenzwecke wiederholt in einem Büchnertrichter mit verdünnter Salzsäure (1 ml konzentrierte Salzsäure, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml je Liter Wasser) waschen, bis das Filtrat deutlich sauer reagiert. Man wäscht mit Wasser nach, bis der pH-Wert des Waschwassers über 4 liegt. Das Kieselgur wird im Trockenschrank bei $103 \pm 2^\circ\text{C}$ getrocknet; das erhaltene weiße Pulver wird in einem dicht verschließbaren Gefäß aufbewahrt.

5. Geräte

- 5.1. *Vakuum-Trockenschrank*, mit automatischer Temperaturregelung, Thermometer und Vakuummanometer.
Der Schrank muß so konstruiert sein, daß eine schnelle Wärmeübertragung auf die Proben in den Einschüben sichergestellt ist.
- 5.2. *Einrichtung zur Lufttrocknung*, bestehend aus einer mit frisch aktiviertem Kieselgel oder einem gleichwertigen Trockenmittel mit Feuchtigkeitsindikator gefüllten Trockensäule. Die Trockensäule ist mit einer konzentrierte Schwefelsäure enthaltenden Gaswaschflasche in Reihe geschaltet, die mit der Lufteintrittsöffnung des Trockenschrankes verbunden ist.
- 5.3. *Vakuumpumpe*, mit der im Trockenschrank ein Vakuum von weniger als 3,3 kPa (34 mbar) aufrechterhalten werden kann.
- 5.4. *Metallschale* mit flachem Boden (Metall, das vom Glukosesirup oder der Dextrose unter den Versuchsverhältnissen nicht angegriffen wird) von etwa 100 mm Durchmesser und mindestens 30 mm Höhe.
- 5.5. *Glasstab*, der über den Rand der Schale reicht.
- 5.6. *Exsikkator* mit frisch aktiviertem Kieselgel oder einem gleichwertigen Trockenmittel sowie mit einem Feuchtigkeitsindikator.
- 5.7. *Analysenwaage*: Ablesegenauigkeit 0,1 mg.

6. Verfahren

- 6.1. Etwa 30 g Kieselgur (4.1) werden in eine Schale (5.4) gegeben, die mit dem Glasstab (5.5) versehen ist. Man stellt das Ganze in den Trockenschrank (5.1) bei $70^\circ \pm 1^\circ\text{C}$ und verringert den Druck auf mindestens 3,3 kPa (34 mbar). Man trocknet 5 Stunden lang, wobei ein schwacher Strom getrockneter Luft durch den Trockenschrank geleitet wird. Man prüft den Druck von Zeit zu Zeit und berichtigt ihn notfalls.
- 6.2. Man stellt den atmosphärischen Druck im Trockenschrank wieder her, indem man langsam trockene Luft einläßt. Man stellt die Schale mit dem Glasstab sofort in den Exsikkator (5.6), läßt abkühlen und wiegt.
- 6.3. Eine Probenmenge von etwa 10 g wird auf 1 mg genau in ein 100-ml-Becherglas eingewogen.
- 6.4. Die Probe wird mit 10 ml warmem Wasser verdünnt und quantitativ in die gewogene Schale überführt, wobei man mit dem Glasstab (5.5) durchrührt und dreimal mit 5 ml warmem Wasser nachspült. Sehr sorgfältig homogenisieren.
- 6.5. Die Schale mit der Probe und dem Glasstab wird in den Trockenschrank gestellt und der Druck im Trockenschrank auf mindestens 3,3 kPa (34 mbar) verringert. Während der Trocknung bei $70 \pm 1^\circ\text{C}$ wird wieder ein schwacher Strom getrockneter Luft durch den Trockenschrank geleitet.
Man läßt die Probe 20 Stunden im Trockenschrank, führt aber das Verfahren in solcher Weise durch, daß die Trocknung schon vor Ende des ersten Tages weit fortgeschritten ist. Man läßt die Vakuumpumpe ständig eingeschaltet, damit auch nachts bei vorgeschriebenem Druck von ungefähr 3,3 kPa (34 mbar) ein schwacher Strom getrockneter Luft durch den Trockenschrank geleitet werden kann.
- 6.6. Man stellt die Pumpe ab und leitet langsam trockene Luft in den Trockenschrank ein, bis normaler Luftdruck erreicht ist.
Man stellt die Schale sofort in den Exsikkator (5.6), läßt abkühlen und wiegt.
- 6.7. Man setzt die Trocknung wie unter 6.5 beschrieben noch 4 Stunden fort und führt danach den Druckausgleich herbei und stellt die Schale sofort in den Exsikkator. Man läßt abkühlen und wiegt. Man prüft die Konstanz der erhaltenen Masse. Konstantes Gewicht ist erreicht, wenn der Gewichtsverlust zwischen zwei Wägungen der gleichen Schale nicht mehr als 2 mg beträgt. Ist der Gewichtsverlust höher, so ist das Verfahren (6.7) erneut durchzuführen.

- 6.8. Die Bestimmung des Trockenmassegehalts von Dextrose kristallwasserhaltig und Dextrose kristallwasserfrei wird nach dem Verfahren in Absatz 6 ohne Verwendung von Kieselgur und Wasser durchgeführt.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Formel und Berechnung der Ergebnisse*

Der in Masse-% ausgedrückte Gehalt an Trockenmasse errechnet sich aus folgender Gleichung:

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

Hierbei bedeuten:

m_0 = die ursprüngliche Masse der Versuchsprobe in g,

m_1 = die Masse der Schale mit Kieselgur, Glasstab und Trocknungsrückstand in g,

m_2 = die Masse der Schale mit Kieselgur und Glasstab in g.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 0,12 g auf 100 g der Probe betragen.

METHODE 3

BESTIMMUNG DER GESAMTTROCKENMASSE

(durch Refraktometrie)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Die Methode erlaubt die Bestimmung des Gehaltes an Trockenmasse von:

- Flüssigzucker,
- weißem Flüssigzucker,
- Invertflüssigzucker,
- weißem Invertflüssigzucker,
- Invertzuckersirup,
- weißem Invertzuckersirup.

2. **Definition**

Der Gehalt an Trockenmasse wird nach der nachstehend beschriebenen Methode bestimmt.

3. **Prinzip**

Der Brechungsindex der Probe wird bei 20 °C bestimmt und anhand der nachstehenden Umrechnungstabellen, die die Konzentration als Funktion des Brechungsindex angeben, die Trockenmasse der Zucker ermittelt.

4. **Geräte**

- 4.1. Refraktometer zum Ablesen des Brechungsindex mit Ablesegenauigkeit bis zur vierten Dezimalstelle, Thermometer und Umlaufthermostat für 20° ± 0,5 °C.

5. **Verfahren**

- 5.1. In der Probe etwa vorhandene Kristalle auflösen, indem 1:1 (m/m) verdünnt wird.
- 5.2. Der Brechungsindex der Probe wird bei 20 °C mit dem Refraktometer (4.1) gemessen.

6. Darstellung der Ergebnisse

6.1. Berechnung der Ergebnisse

Der Gehalt an Trockenmasse wird anhand der Brechungsindizes von Saccharoselösungen bei 20 °C nach den nachstehenden Tabellen ermittelt, mit einem Korrekturzuschlag von 0,022 je 1 % des in der Probe enthaltenen Invertzuckers.

6.2. Sofern die Probe mit Wasser im Verhältnis 1:1 (m:m) verdünnt wurde, wird die berechnete Menge Trockenmasse mit 2 multipliziert.

6.3. Wiederholbarkeit

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 0,2 g/100 g betragen.

REFERENZ-TABELLEN

Brechungsindices (n) von Sucroslösungen bei 20 °C ⁽¹⁾

n 20°	Sucrose %								
1,3330	0,009	1,3365	2,436	1,3400	4,821	1,3435	7,164	1,3470	9,466
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	1,3491	10,828
1,3352	1,540	1,3387	3,940	1,3422	6,298	1,3457	8,615	1,3492	10,892
1,3353	1,609	1,3388	4,008	1,3423	6,365	1,3458	8,681	1,3493	10,957
1,3354	1,678	1,3389	4,076	1,3424	6,432	1,3459	8,746	1,3494	11,021
1,3355	1,747	1,3390	4,144	1,3425	6,498	1,3460	8,812	1,3495	11,086
1,3356	1,816	1,3391	4,212	1,3426	6,565	1,3461	8,878	1,3496	11,150
1,3357	1,885	1,3392	4,279	1,3427	6,632	1,3462	8,943	1,3497	11,215
1,3358	1,954	1,3393	4,347	1,3428	6,698	1,3463	9,008	1,3498	11,279
1,3359	2,023	1,3394	4,415	1,3429	6,765	1,3464	9,074	1,3499	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⁾ Die in diesen Tabellen aufgeführten Werte sind nach der von K. Rosenhauer für ICUMSA entwickelten Gleichung berechnet, von Frank G. Carpenter (USDA) programmiert und computerverarbeitet und in SUGAR J. 33, 15-22 (Juni 1970) veröffentlicht. Der Brechungsindex wurde bei 20° mit der D-Linie von Na gemessen; Br:x (Gewichts-% Sucrose) wurde durch Wiegen bei 20° in Luftatmosphäre — 760 Torr (mm Hg) Druck und 50 % relative Feuchtigkeit — ermittelt. Sie ersetzt die frühere Tabelle 47.012, 11. Ausgabe, entnommen aus INTERN. SUGAR J. 39, 22s (1937).

n 20°	Sucrose %								
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

n 20°	Sucrose %								
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

n 20°	Sucrose %								
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	43,037	1,4113	45,770	1,4168	48,447	1,4223	51,069	1,4278	53,640
1,4059	43,088	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	45,967	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	1,4130	46,604	1,4185	49,263	1,4240	51,869	1,4295	54,425
1,4076	43,938	1,4131	46,652	1,4186	49,311	1,4241	51,916	1,4296	54,471
1,4077	43,988	1,4132	46,701	1,4187	49,359	1,4242	51,963	1,4297	54,517
1,4078	44,038	1,4133	46,750	1,4188	49,407	1,4243	52,010	1,4298	54,563
1,4079	44,088	1,4134	46,799	1,4189	49,454	1,4244	52,057	1,4299	54,609
1,4080	44,138	1,4135	46,848	1,4190	49,502	1,4245	52,104	1,4300	54,655
1,4081	44,187	1,4136	46,896	1,4191	49,550	1,4246	52,150	1,4301	54,701
1,4082	44,237	1,4137	46,945	1,4192	49,598	1,4247	52,197	1,4302	54,746
1,4083	44,287	1,4138	46,994	1,4193	49,645	1,4248	52,244	1,4303	54,792
1,4084	44,337	1,4139	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	55,347
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

n 20°	Sucrose %								
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

n 20°	Sucrose %								
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

n 20°	Sucrose %								
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

METHODE 4

BESTIMMUNG DES GEHALTS AN REDUZIERENDEN ZUCKERN, ALS INVERTZUCKER
AUSGEDRÜCKT

(Methode des Instituts Berlin)

1. Zweck und Anwendungsbereich

Die Methode ist anwendbar bei einem Gehalt an reduzierenden Zuckern, als Invertzucker ausgedrückt:

— Halbweißzucker.

2. Definition

Reduzierende Zucker, ausgedrückt als Invertzucker, werden nach nachstehend beschriebener Methode bestimmt.

3. Prinzip

Reduktion einer Cu-(II)-Lösung mittels einer Lösung reduzierender Zucker. Das gebildete Cu-(I)-Oxid wird durch eine Jodlösung oxydiert und der Jodüberschuß mit eingestellter Natriumthiosulfatlösung zurücktitriert.

4. Reagenzien**4.1 Cu-(II)-Lösung (Müllersche Lösung)**

4.1.1. 35 g Kupfer-(II)-sulfatpentahydrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) werden in 400 ml kochendem Wasser gelöst. Abkühlen.

4.1.2. 173 g Kaliumnatriumtartrattetrahydrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) und 68 g wasserfreies Natriumcarbonat werden in 500 ml kochendem Wasser gelöst. Abkühlen.

4.1.3. Beide Lösungen (4.1.1 und 4.1.2) werden in einem 1-Liter-Meßkolben vermischt und mit Wasser zu 1 Liter aufgefüllt. Nach Zusatz von 2 g Aktivkohle wird durchgeschüttelt, mehrere Stunden stehen gelassen und durch ein gehärtetes Papierfilter oder ein Membranfilter abfiltriert. Scheiden sich beim Stehen kleine Mengen Cu-(I)-Oxid ab, so muß erneut filtriert werden.

4.2. 5 mol/l Essigsäurelösung.

4.3. 0,01665 mol/l Jodlösung.

4.4. 0,0333 mol/l Natriumthiosulfatlösung.

4.5. Stärkelösung: 1 Liter siedendem Wasser wird eine Mischung aus 5 g löslicher Stärke und 30 ml Wasser hinzugefügt. Nach 3 Minuten langem Sieden wird abkühlen gelassen; gegebenenfalls werden als Konservierungsmittel 10 mg Quecksilber-(II)-Jodid hinzugefügt.

5. Geräte

5.1. 300-ml-Erlenmeyerkolben; Pipetten und Büretten mit ausreichender Ablesegenauigkeit.

5.2. Wasserbad.

6. Verfahren

6.1. In einen 300-ml-Erlenmeyerkolben wird eine Menge der Probe gegeben (10 g oder weniger), die nicht mehr als 30 mg Invertzucker enthält, und in etwa 100 ml Wasser aufgelöst.

Mittels Pipette werden 10 ml der Cu-(II)-Lösung (4.1) zugesetzt. Es wird geschüttelt und der Kolben genau 10 Minuten lang in ein kochendes Wasserbad gesetzt. Die Oberfläche der Lösung im Kolben muß mindestens 20 mm niedriger stehen als die Oberfläche des Wasserbads. Die Abkühlung erfolgt rasch in einem kalten Wasserstrom. Dabei darf die Lösung nicht bewegt werden, damit der Luftsauerstoff nicht einen Teil des Cu-(I)-Oxid-Niederschlags wieder auflöst.

Danach werden 5 ml der Essigsäurelösung 5 mol/l (4.2) vorsichtig zugesetzt und unverzüglich mittels Bürette ein Überschuß der Jodlösung 0,01665 mol/l (4.3) (20 bis 40 ml) hinzugefügt.

Nach Auflösung des Kupferniederschlags durch Umschwenken titriert man den Jodüberschuß mit der Natriumthiosulfatlösung 0,0333 mol/l (4.4) unter Zusatz einiger Tropfen Stärkelösung (4.5) gegen Ende der Titration zurück.

6.2. Zuvor wird ein Blindversuch mit Wasser durchgeführt. Der Blindversuch ist für jede Zubereitung von Cu-(II)-Lösung (4.1) durchzuführen; der Blindwert sollte 0,1 ml nicht überschreiten.

6.3. Mit der Zuckerlösung wird ein Kaltversuch durchgeführt. Hierbei läßt man die Lösung 10 Minuten lang bei Raumtemperatur stehen, um eventuell vorhandene andere reduzierende Stoffe wie z. B. SO_2 zu berücksichtigen.

7. Darstellung der Ergebnisse**7.1 Formel und Berechnung der Ergebnisse**

Menge der verbrauchten Jodlösung: ml der als Überschuß hinzugefügten 0,01665-mol/l-Jodlösung minus ml der für die Titration verwendeten 0,0333-mol/l-Natriumthiosulfatlösung.

Von der Menge der verbrauchten 0,01665-mol/l-Jodlösung sind abzuziehen:

7.1.1. die Anzahl ml, die bei dem vorangehenden Blindversuch (6.2) mit Wasser verbraucht wurden;

- 7.1.2. die Anzahl ml, die bei dem Kaltversuch (6.3) mit der Zuckerlösung verbraucht wurden;
- 7.1.3. 2,0 ml zur Berücksichtigung des reduzierenden Einflusses von 10 g Saccharose oder einer anteiligen Menge, wenn die Einwaage weniger als 10 g betrug (Saccharosekorrektur).
Nach Vornahme dieser Korrekturen entspricht der Verbrauch von 1 ml Jodlösung einer Invertzuckermenge von 1 mg. Der Invertzuckergehalt in Prozent der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

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

hierbei bedeuten

V_1 = Menge der 0,01665-mol/l-Jodlösung (4.3) in ml nach Abzug der Korrektur,

m_0 = Masse der Probe in g.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 0,02 g/100 g betragen.

METHODE 5

BESTIMMUNG DES GEHALTS AN REDUZIERENDEN ZUCKERN, ALS INVERTZUCKER AUSGEDRÜCKT

(Knight und Allen-Methode)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Diese Methode erlaubt die Bestimmung eines Invertzuckergehalts in

- Zucker oder Weißzucker,
- Raffinadezucker oder Raffinadeweißzucker.

2. **Definition**

Reduzierende Zucker, ausgedrückt als Invertzucker, werden nach der nachstehend beschriebenen Methode bestimmt.

3. **Prinzip**

Ein Kupfer-II-Reagenz wird im Überschuß zu der Probenlösung gegeben, reduziert und der nicht reduzierte Anteil mit EDTA-Lösung zurücktitriert.

4. **Reagenzien**

- 4.1. *Äthylendiamintetraessigsäure-Lösung* (Dinatriumsalz) (EDTA), 0,0025 mol/l: Man löst 0,930 g EDTA in Wasser und füllt mit Wasser auf 1 000 ml auf.
- 4.2. *Murexidindikatorlösung*: Man gibt 0,25 g Murexid in 50 ml Wasser und vermischt mit 20 ml einer 0,2-g/100 ml-Lösung von Methyleneblau.
- 4.3. *Alkalisches Kupferreagenz*: Man löst 25 g wasserfreies Natriumkarbonat und 25 g Kaliumnatriumtartratetrahydrat in etwa 600 ml Wasser, das 40 ml 1,0-mol/l-Natronlauge enthält. Danach löst man 6,0 g Kupfer-(II)-sulfatpentahydrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) in etwa 100 ml Wasser und gibt dies zu der Tartratlösung. Man füllt mit Wasser auf 1 000 ml auf.

Man beachte: die Lösung ist nur begrenzt haltbar (1 Woche).

- 4.4. *Invertzucker-Standardlösung*: In einem 250-ml-Meßkolben löst man 23,75 g reine Saccharose in etwa 120 ml Wasser, gibt 9 ml Salzsäure ($\rho_{20} = 1,16$) hinzu und läßt 8 Tage bei Zimmertemperatur stehen. Die Lösung auf 250 ml auffüllen und die Vollständigkeit der Hydrolyse mittels Saccherimeter oder Polarimeter unter Verwendung eines Polarimeterrohres von 200 mm wirksamer Länge (8) kontrollieren. Man müßte $-11,80^\circ \pm 0,05^\circ \text{S}$ erhalten. Mit einer Pipette 200 ml dieser Lösung in einen Meßkolben von 2 000 ml geben. Mit Wasser verdünnen und unter Schütteln (um eine zu hohe lokale Alkalität zu vermeiden) 71,4 ml Natriumhydroxid 1 mol/l (4.2), die 4 g Benzoessäure enthalten, hinzufügen.

Auf 2 000 ml auffüllen, um eine Lösung mit 1 g/100 ml Invertzucker zu erhalten. Die Lösung müßte einen pH-Wert von ungefähr 3 haben. Diese stabile konzentrierte Lösung sollte unmittelbar vor der Verwendung verdünnt werden.

- 4.5. *Reine Saccharose*: Probe von reiner Saccharose mit einem Invertzuckeranteil von nicht mehr als 0,001 g/100 g.

5. Geräte

- 5.1. Reagenzglas 150 x 20 mm.
5.2. Weiße Porzellanschale.
5.3. Analysenwaage mit einer Genauigkeit von 0,1 mg.

6. Verfahren

- 6.1. 5g der Zuckerprobe werden in 5 ml kaltem Wasser, die man in das Reagenzglas (5.1) gibt, gelöst. Man fügt 2 ml Kupferreagenz (4.3) hinzu und mischt. Man hält das Reagenzglas 5 Minuten in ein kochendes Wasserbad und kühlt dann in kaltem Wasser.

- 6.2. Man gibt die Lösung in eine Porzellanschale (5.2) und spült das Reagenzglas mit einigen ml Wasser. Man gibt drei Tropfen Indikator (4.2) hinzu und titriert mit EDTA-Lösung (4.1). V_0 ist die für die Titration gebrauchte Anzahl ml der EDTA-Lösung.

Unmittelbar vor dem Tritationsendpunkt tritt in der Titrationslösung ein Farbumschlag von grün über grau nach purpurfarben am Titrationsendpunkt auf. Die purpurne Farbe verschwindet langsam, da Oxydation von Kupfer-(I)-Oxid zu Kupfer-(II)-Oxid stattfindet; dabei hängt die Geschwindigkeit zum Teil von der Menge an in der Lösung vorhandenem reduziertem Kupfer ab. Aus diesem Grund sollte der Titrationsendpunkt möglichst schnell erreicht werden.

- 6.3. Man erstellt eine Eichkurve, indem man bekannte Mengen Invertzucker (entsprechend verdünnte Lösung 4.4) zu 5 g Saccharose (4.5) gibt und 5 ml kaltes Wasser hinzufügt.

Die Titrationswerte in ml werden in Abhängigkeit vom Prozentsatz an dem 5 g Saccharose zugegebenen Invertzucker aufgetragen; die erhaltene Kurve ist für den Bereich von 0,001 bis 0,019 g/100 g Invertzucker in der Probe eine Gerade.

7. Darstellung der Ergebnisse

7.1. *Art der Berechnung*

Man liest auf der Eichkurve den Prozentsatz an Invertzucker ab, der dem bei der Analyse der Probe festgestellten Wert von V_0 ml EDTA entspricht.

- 7.2. Wenn in der zu untersuchenden Probe Invertzuckerkonzentrationen von mehr als 0,017 g/100 g vorliegen, ist bei Anwendung des Verfahrens (6.1) eine entsprechend geringere Menge Proben-substanz zu verwenden; die Analysenprobe muß jedoch mit reiner Saccharose (4.5) auf 5 g aufgefüllt werden.

7.3. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 0,005 g je 100 g Probe betragen.

8. Anmerkung

Bei Verwendung eines Polarimeters (Präzisionspolarimeterrohr von 200 mm Länge; Lichtquelle: Natriumdampfampe; Temperatur des Raumes, in dem sich das Gerät befindet, in der Größenordnung von 20 °C) sind zur Umrechnung in °S die abgelesenen Bogengrade mit 2,889 zu multiplizieren.

METHODE 6

BESTIMMUNG DES GEHALTS AN REDUZIERENDEN ZUCKERN, ALS INVERTZUCKER ODER D-GLUKOSE AUSGEDRÜCKT

(Methode Luff-Schoorl)

1. Zweck und Anwendungsbereich

Die Methode erlaubt die Bestimmung:

- 1.1. des Gehalts an reduzierenden Zuckern (als Invertzucker ausgedrückt) bei:
 - Flüssigzucker,
 - weißem Flüssigzucker,
 - Invertflüssigzucker,
 - weißem Invertflüssigzucker,
 - Invertzuckersirup,
 - weißem Invertzuckersirup;
- 1.2. des Gehalts an reduzierenden Substanzen, die, auf die Trockenmasse bezogen, das Dextrose-äquivalent darstellen, bei:
 - Glukosesirup,
 - getrocknetem Glukosesirup;
- 1.3. der Dextrose (D-Glukose) bei:
 - Dextrose, kristallwasserhaltig, oder Traubenzucker, kristallwasserhaltig,
 - wasserfreier Dextrose oder Traubenzucker, kristallwasserfrei.

2. Definition

Reduzierende Zucker, ausgedrückt als Invertzucker: der Gehalt an reduzierenden Zuckern, ausgedrückt als Invertzucker, D-Glukose oder Dextroseäquivalent, wird bestimmt nach der nachstehend beschriebenen Methode.

3. Prinzip

Die Lösung, in der sich die reduzierenden Zucker befinden, wird gegebenenfalls geklärt; sie wird nach Zugabe einer Kupfer-(II)-Lösung unter standardisierten Bedingungen gekocht, wobei Kupfer-(II) teilweise zu Kupfer-(I) reduziert wird. Der Überschuß an Kupfer-(II) wird jodometrisch bestimmt.

4. Reagenzien

4.1. Carrez-Lösung I:

21,95 g Zinkacetatdihydrat $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ oder 24 g Zinkacetattrihydrat $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ und 3 ml Eisessig werden in Wasser gelöst und auf 100 ml aufgefüllt.

4.2. Carrez-Lösung II:

10,6 g Kaliumhexacyanoferrat-(II)-Trihydrat $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ werden in Wasser gelöst und auf 100 ml aufgefüllt.

4.3. Reagenz nach Luff-Schoorl

Folgende Lösungen sind herzustellen:

- 4.3.1. Kupfer-(II)-sulfatlösung: 25 g Kupfer-(II)-sulfatpentahydrat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, eisenfrei, werden in 100 ml Wasser gelöst.
- 4.3.2. Zitronensäurelösung: 50 g Zitronensäuremonohydrat, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$; werden in 50 ml Wasser gelöst.
- 4.3.3. Natriumkarbonatlösung: in einem Meßkolben werden 143,8 g Natriumkarbonat p. a., wasserfrei, in ungefähr 300 ml warmem Wasser gelöst. Die Lösung abkühlen lassen.
- 4.3.4. Unter vorsichtigem Umschwenken wird die Zitronensäurelösung (4.3.2) in die Natriumkarbonatlösung (4.3.3) eingegeben. Dann wird bis zum Verschwinden der Gasbildung geschüttelt, anschließend die Kupfer-(II)-Sulfatlösung (4.3.1) dazugegeben und mit Wasser auf 1 Liter aufgefüllt. Das Gemisch wird über Nacht stehen gelassen und wenn nötig filtriert. Die Molarität des erhaltenen Reagenzes ist nach 6.1 zu überprüfen (Cu 0,1 mol/l; Na_2CO_3 1 mol/l).

- 4.4. Natriumthiosulfatlösung 0,1 mol/l.
- 4.5. Stärkelösung: Ein Gemisch von 5 g löslicher Stärke und 30 ml Wasser wird einem Liter siedendem Wasser zugesetzt und 3 Minuten lang im Sieden gehalten. Dann wird abkühlen gelassen; eventuell werden als Konservierungsmittel 10 mg Quecksilber-(II)-jodid zugegeben.
- 4.6. Schwefelsäure 3 mol/l.
- 4.7. Kaliumjodidlösung 30 % (m/v)
- 4.8. Bimssteinkörner, mit Salzsäure ausgekocht, mit Wasser säurefrei gewaschen und getrocknet.
- 4.9. Isopentanol.
- 4.10. Natriumhydroxidlösung 0,1 mol/l
- 4.11. Salzsäure 0,1 mol/l.
- 4.12. Phenolphthalein, 1 % (m/v) in Äthanol.
5. Geräte
 - 5.1. 300-ml-Erlenmeyerkolben mit Rückflußkühler.
 - 5.2. Stoppuhr.
6. Ausführung
 - 6.1. Prüfung des Luff-Schoorl-Reagens (4.3)
 - 6.1.1. 25 ml des Luff-Schoorl-Reagens (4.3) werden mit 3 g Kaliumjodid und 25 ml 3-mol/l-Schwefelsäure (4.6) versetzt.

Mit einer 0,1-mol/l-Natriumthiosulfatlösung (4.4) wird unter Zugabe von Stärkelösung gegen Ende der Titration titriert. 25 ml 0,1-mol/l-Natriumthiosulfatlösung müssen verbraucht werden.
 - 6.1.2. 10 ml des Reagens (4.3) werden abpipettiert und in einen 100-ml-Meßkolben gegeben; dann wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

In einem Erlenmeyerkolben werden 10 ml der verdünnten Lösung mit 25 ml 0,1 mol/l Salzsäure (4.11) versetzt und eine Stunde lang auf siedendem Wasserbad gehalten. Dann abkühlen lassen, mit frisch abgekochtem Wasser auf das Ausgangsvolumen auffüllen und mit 0,1-mol/l-Natriumhydroxid-Lösung (4.10) gegen Phenolphthalein (4.12) titrieren.

Es müssen 5,5 bis 6,5 ml der 0,1-mol/l-Natriumhydroxid-Lösung (4.10) verbraucht werden.
 - 6.1.3. 10 ml verdünntes Reagenz (6.1.2) mit 0,1-mol/l-Salzsäure (4.11) gegen Phenolphthalein (4.12) titrieren. Der Farbumschlag wird durch das Verschwinden der Purpurfärbung kenntlich.

Es müssen 6 bis 7,5 ml 0,1-mol/l-Salzsäure (4.11) verbraucht werden.
 - 6.1.4. Der pH-Wert des Luff-Schoorl-Reagenzes muß bei 20 °C zwischen 9,3 und 9,4 liegen.
 - 6.2. Herstellung der Untersuchungslösung
 - 6.2.1. 5 g der Probe werden auf 1 mg genau abgewogen, in einen 250-ml-Meßkolben gegeben und in 200 ml Wasser gelöst. Zum Klären werden, falls nötig, unter Schütteln nacheinander 5 ml Carrez-Lösung I (4.1) und 5 ml der Carrez-Lösung II zugefügt. Danach wird mit Wasser auf 250 ml aufgefüllt, durchgemischt und, falls erforderlich, filtriert.
 - 6.2.2. Die Lösung 6.2.1 wird so verdünnt, daß 25 ml der Lösung mindestens 15 mg und höchstens 60 mg reduzierende Zucker, als Glukose ausgedrückt, enthalten.
 - 6.3. Titration nach Luff-Schoorl

25 ml des Luff-Schoorl-Reagens (4.3) werden in einen 300-ml-Erlenmeyerkolben (5.1) pipettiert und anschließend genau 25 ml der gegebenenfalls geklärten Zuckerlösung (6.2.2) zugesetzt. Nach Zugabe von 2 Bimssteinkörnern (4.8) wird der mit Rückflußkühler versehene Erlenmeyerkolben (5.1) sofort auf ein Drahtnetz mit einer Asbestscheibe gestellt, die ein Loch in der Größe des Durchmessers des Kolbenbodens hat. Die Flüssigkeit wird in etwa 2 Minuten zum Sieden gebracht und genau zehn Minuten lang schwach am Sieden gehalten. Danach wird sofort mit kaltem Wasser abgekühlt und nach etwa fünf Minuten wie folgt titriert:

Der Flüssigkeit werden 10 ml Kaliumjodidlösung (4.7) und unmittelbar anschließend vorsichtig (wegen der Gefahr übermäßigen Schäumens) 25 ml 3-mol/l-Schwefelsäure (4.6) zugesetzt. Danach wird mit 0,1 mol/l Natriumthiosulfatlösung (4.4) zunächst bis zum Auftreten einer mattgelben Farbe titriert und nach Zugabe einiger ml Stärkelösung (4.5) als Indikator die Titration bis zum Verschwinden der Blaufärbung zu Ende geführt.

In gleicher Weise wird der Blindwert unter Verwendung von genau 25 ml Wasser anstelle der Zuckerlösung (6.2.2) ermittelt.

7. Darstellung der Ergebnisse

7.1. Berechnung der Ergebnisse

Aus nachstehender Tabelle ist diejenige Menge Glukose bzw. Invertzucker in mg zu ermitteln, die dem Unterschied der beiden Titrationsen in ml 0,1-mol/l-Natriumthiosulfat entspricht. (Falls erforderlich, sind Zwischenwerte zu interpolieren.)

Das Ergebnis ist in Prozent (m/m) Invertzucker oder D-Glukose, auf die Trockenmasse bezogen, anzugeben.

7.2. Wiederholbarkeit

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel durchgeführten Titrationsen darf nicht mehr als 0,2 ml betragen.

8. Bemerkung

- 8.1. Es empfiehlt sich, vor dem Ansäuern mit der Schwefelsäure etwa 1 ml Isopentanol (4.9) zuzusetzen, um Schaumbildung zu verhindern.

Tabelle für das Luff-Schoorl-Reagenz

0,1 N/mol/l - Na ₂ S ₂ O ₃	Glukose, Fruktose, Invertzucker C ₆ H ₁₂ O ₆		
	ml	mg	Differenz
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	35,7		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

METHODE 7

BESTIMMUNG DES GEHALTS AN REDUZIERENDEN ZUCKERN, ALS INVERTZUCKER AUSGEDRÜCKT

(Lane-Eynon-Methode — Modifizierung auf konstantes Volumen)

1. Zweck und Anwendungsbereich

Diese Methode erlaubt die Bestimmung der reduzierenden Zucker, ausgedrückt als Invertzucker, in

- Flüssigzucker,
- weißem Flüssigzucker,
- Invertflüssigzucker,
- weißem Invertflüssigzucker,
- Invertzuckersirup,
- weißem Invertzuckersirup.

2. **Definition**

Reduzierende Zucker, ausgedrückt als Invertzucker: Gehalt an reduzierenden Zuckern, bestimmt nach der nachstehend beschriebenen Methode.
3. **Prinzip**

Die Probenlösung wird bei Siedetemperatur gegen eine bestimmte Menge Fehlingsche Lösung titriert, wobei man Methylenblau als Indikator in die Lösung gibt.
4. **Reagenzien**
 - 4.1. **Fehling-Lösungen:**
 - 4.1.1. Lösung A:

69,3 g Kupfer-(II)-sulfatpentahydrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) in Wasser lösen und auf 1 000 ml auffüllen.
 - 4.1.2. Lösung B:

346 g Kaliumnatriumtartrattetrahydrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) und 100 g Natriumhydroxid in Wasser lösen und auf 1 000 ml auffüllen.

Die klare Lösung von etwaigen Sedimenten dekantieren.

Anmerkung

Beide Lösungen sollten in braunen oder bernsteinfarbenen Flaschen aufbewahrt werden.
 - 4.2. *Natriumhydroxid 1 mol/l*
 - 4.3. *Invertzucker-Standardlösung:* 23,75 g reine Saccharose in einem 250-ml-Meßkolben in ungefähr 120 ml Wasser lösen, 9 ml Salzsäure (spezifisches Gewicht $\rho_{20} = 1,16$) hinzugeben und 8 Tage lang bei Raumtemperatur stehen lassen. Die Lösung auf 250 ml auffüllen und mit Hilfe eines Saccharimeters oder Polarimeters unter Verwendung eines Polarimeterrohres von 200 mm wirksamer Länge (8) auf vollständige Hydrolyse prüfen. Der abgelesene Wert sollte $-11,80^\circ \pm 0,05^\circ \text{S}$ sein. Mit einer Pipette 200 ml dieser Lösung in einen 2 000-ml-Meßkolben geben, mit Wasser verdünnen und unter Schütteln (um zu hohe örtliche Alkalität zu vermeiden) 71,4 ml 1 mol/l Natronlauge (4.2) die 4 g Benzoesäure enthalten, hinzufügen. Auf 2 000 ml auffüllen, um eine Lösung von 1 g/100 ml Invertzucker zu erhalten. Die Lösung muß einen pH-Wert von etwa 3 aufweisen. Diese stabile konzentrierte Lösung muß unmittelbar vor der Verwendung verdünnt werden.

Zur Zubereitung der 0,25 g/100 ml Invertzuckerlösung füllt man einen 250-ml-Meßkolben bei 20°C bis zum Eichstrich mit der 1 g/100 ml Invertzucker-Vorratslösung. Der Inhalt des Kolbens wird in einen 1 000-ml-Meßkolben gegeben; dann füllt man mit Wasser bis zum Eichstrich auf (wiederum bei 20°C).
 - 4.4. *Methylenblaulösung, 1 g/100 ml*
5. **Geräte**
 - 5.1. Enghalskochkolben, 500 ml
 - 5.2. Bürette mit seitlichem Hahn, 50 ml mit 0,05 ml Skala;
 - 5.3. Vollpipetten 20, 25 und 50 ml.
 - 5.4. Meßkolben 250, 1 000 und 2 000 ml.
 - 5.5. Ein Heizgerät, mit dem die Lösung gemäß den unter 6.1 beschriebenen Bedingungen auf Siedetemperatur gehalten werden kann und das die Beobachtung der Farbänderung am Titrationsendpunkt zuläßt, ohne daß dazu der Kochkolben (5.1) von der Wärmequelle genommen werden muß.
 - 5.6. Stoppuhr, die mindestens auf die Sekunde genau anzeigt.
6. **Verfahren**
 - 6.1. *Standardisierung der Fehlingschen Lösung*
 - 6.1.1. Mit einer Pipette (5.3) zuerst 50 ml der Lösung B (4.1.2) und dann 50 ml der Lösung A (4.1.1) in ein sauberes und trockenes Becherglas geben. Gut durchmischen.
 - 6.1.2. Die Bürette spülen und mit der Invertzucker-Standardlösung 0,25 g/100 ml (4.3) füllen.
 - 6.1.3. Mit einer Pipette einen aliquoten Teil von 20 ml der Mischung der Lösungen A und B (6.1.1) in einen Kolben von 500 ml (5.1) füllen. 15 ml Wasser hinzufügen. 39 ml der in der Bürette enthaltenen Invertzuckerlösung einfüllen, einige Bimssteinkörner hinzufügen und den Inhalt des Kolbens durch vorsichtiges Schütteln vermischen.
 - 6.1.4. Den Inhalt des Kolbens innerhalb von $2\frac{1}{2}$ Minuten zum Sieden bringen und genau 2 Minuten sieden lassen; der Kolben darf während der restlichen Behandlung weder von der Wärmequelle gezogen werden noch aufhören zu sieden.

Nach 2 Minuten Sieden 3 oder 4 Tropfen der Methylenblaulösung (4.4) hinzufügen; die Lösung muß eine deutlich blaue Färbung haben.

- 6.1.5. Titration fortsetzen: aus der Bürette die Invertzucker-Standardlösung in geringen Mengen von zunächst 0,2 ml, dann 0,1 ml und schließlich tropfenweise bis zum Erreichen des Endpunktes, d. h. bis zum Verschwinden der durch das Methylenblau gegebenen blauen Farbe, zugeben. Die Lösung muß dann die mit einer Kupfer-(I)-Oxidsuspension entsprechende rötliche Farbe annehmen.
- 6.1.6. Der Endpunkt müßte 3 Minuten nach Beginn des Siedens der Lösung erreicht sein. Der Endtiter V_0 muß zwischen 39 und 41 ml liegen. Überschreitet V_0 diese Grenzen, die Kupferkonzentration der Lösung A (4.1.1) anpassen und das Standardisierungsverfahren wiederholen.

6.2. Herstellung der Analysenlösung

Die Konzentration der Analysenlösungen sollte so gewählt werden, daß diese in 100 ml zwischen 250 und 400 mg Invertzucker enthalten.

6.3. Vorversuch

- 6.3.1. Ein Vorversuch muß durchgeführt werden, um zu gewährleisten, daß die zu den 20 ml gemischter Fehlingscher Lösungen A und B zugegebene Menge Wasser genügend groß ist, damit man nach der Titration ein Gesamtvolumen von 75 ml erhält.

Dabei geht man so vor, wie unter 6.1.4 beschrieben, nur daß man anstelle der Invertzucker-Standardlösung Probenlösung verwendet, d. h. man läßt aus der Bürette 25 ml Probenlösung in den Kolben laufen, gibt 15 ml Wasser hinzu, läßt die Lösung genau 2 Minuten sieden und titriert dann bis zur Erreichung des Endpunktes wie unter 6.1.5 beschrieben.

- 6.3.2. Ist die Färbung nach der Zugabe von Methylenblaulösung immer noch rötlich, dann ist die Probenlösung zu konzentriert.

In diesem Fall ist der Versuch abzubrechen und ein neuer Versuch mit einer weniger konzentrierten Probenlösung durchzuführen.

Werden mehr als 50 ml Probenlösung benötigt, um die rötliche Färbung zu erhalten, so ist eine konzentrierte Probenlösung zu verwenden.

Die zuzugebende Wassermenge erhält man, indem man die Menge an gemischter Fehlingscher Lösung (20 ml) und die Menge an Probenlösung nach 6.3.1 von 75 ml abzieht.

6.4. Genaue Analyse der Probenlösung

- 6.4.1. Man pipettiert 20 ml Fehlingsche Lösung und die nach 6.3 bestimmte Wassermenge in den Kochkolben (5.1).

- 6.4.2. Aus der Bürette gibt man die benötigte Titermenge Probenlösung (wie unter 6.3 ermittelt) minus 1 ml zu. Man gibt einige Siedesteinchen in den Kolben, vermischt den Inhalt durch Schütteln, bringt ihn zum Sieden und titriert wie unter 6.3 beschrieben. Der Titrationsendpunkt sollte etwa eine Minute nach der Zugabe der Methylenblaulösung erreicht werden.

Endgültiges Titrationsvolumen = V_1 .

7. Darstellung der Ergebnisse

7.1 Formeln und Berechnungsmethode

Der Gehalt der Probenlösung an reduzierenden Zuckern, ausgedrückt als Invertzucker, errechnet sich nach der Formel:

Prozentsatz an reduzierenden Zuckern (als Invertzucker) =

$$\frac{V_0 \cdot 25 \cdot f}{C \cdot V_1}$$

hierbei bedeuten:

C = die Konzentration der im Versuch verwendeten Probenlösung in g pro 100 ml,

V_0 = die Menge (in ml) an bei der Standardisierungstitration (6.1) verbrauchter Invertzucker-Standardlösung,

V_1 = die Menge (in ml) an bei der Analyse (6.4.2) verbrauchter Probenlösung,

f = der Korrekturfaktor, der die Saccharosekonzentration in der Probenlösung berücksichtigt. Die Werte sind der nachstehenden Tabelle zu entnehmen:

Saccharose (g im kochenden Gemisch)	Korrekturfaktor f
0	1,000
0,5	0,982
1,0	0,971
1,5	0,962
2,0	0,954
2,5	0,946
3,0	0,939
3,5	0,932
4,0	0,926
4,5	0,920
5,0	0,915
5,5	0,910
6,0	0,904
6,5	0,898
7,0	0,893
7,5	0,888
8,0	0,883
8,5	0,878
9,0	0,874
9,5	0,869
10,0	0,864

Die Korrekturen für andere als in der Tabelle aufgeführte Saccharosewerte der Probenlösung können aus der Tabelle durch Interpolation ermittelt werden.

Anmerkung:

Die ungefähre Saccharosekonzentration kann man ermitteln, indem man die Konzentration an in Lösung befindlicher Invertzucker-Festschubstanz (die für diese Berechnung mit f gleich 1,0 angenommen wird) von der Gesamtmenge an in Lösung befindlichen Festschubstanzen — ausgedrückt als Saccharose — abzieht; diese kann aus dem Brechungsindex abgeleitet werden, den man nach der Methode 3 ermittelt.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 1,0 % ihres arithmetischen Mittels betragen.

8. *Anmerkung*

Vergleiche vorstehende Bemerkungen zu 4.4 und 8 der Methode 5.

METHODE 8

BESTIMMUNG DES DEXTROSEÄQUIVALENTS

(Lane-Eynon-Methode mit konstantem Titer)

1. *Zweck und Anwendungsbereich*

Diese Methode erlaubt die Bestimmung des Dextroseäquivalents von:

- Glukosesirup,
- getrocknetem Glukosesirup,
- Dextrose, kristallwasserhaltig, oder Traubenzucker, kristallwasserhaltig,
- wasserfreier Dextrose oder Traubenzucker, kristallwasserfrei.

2. *Definitionen*

- 2.1. Reduktionsvermögen: Gehalt an reduzierenden Zuckern, bestimmt nach nachstehend beschriebener Methode, ausgedrückt als Dextrose, kristallwasserfrei (D-Glukose) und berechnet als Anteil in Masseprozent (m/m) der Probe.
- 2.2. Dextroseäquivalent: das Reduktionsvermögen, berechnet als Anteil in Masseprozent (m/m) der Trockensubstanz der Probe.

3. Prinzip

Die zu analysierende Lösung wird bei Siedetemperatur unter genau festgelegten Versuchsbedingungen gegen eine bestimmte Menge Fehlingsche Lösung titriert, wobei man Methylenblau als Indikator in die Lösung gibt.

4. Reagenzien

4.1. Fehlingsche Lösung

4.1.1. Lösung A

69,3 g Kupfer-(II)-sulfatpentahydrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) in Wasser auflösen und mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen.

4.1.2. Lösung B

346,0 g Kaliumnatriumtartrattetrahydrat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) mit 100 g Natriumhydroxid in Wasser lösen und mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen. Von eventuell auftretendem Bodensatz ist die klare Lösung zu dekantieren.

Anmerkung:

Beide Lösungen 4.1.1 und 4.1.2 sollten in braunen oder bernsteinfarbenen Flaschen aufbewahrt werden.

4.1.3. Herstellung der Fehlingschen Lösung

Mit einer Pipette (5.3) zuerst 50 ml der Lösung B (4.1.2) und dann 50 ml der Lösung A (4.1.1) in ein sauberes und trockenes Becherglas geben. Gut durchmischen.

Anmerkung:

Die Fehlingsche Lösung ist täglich frisch herzustellen und nach 6.1 einzustellen.

4.2. Referenzsubstanz: Dextrose, wasserfrei (D-Glukose) ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)

Die Substanz 4 Stunden in einem Vakuumofen bei $100^\circ \pm 1^\circ\text{C}$ und einem Druck von 10 kPa (103 mbar) trocknen.

4.3. Dextrose-Standardlösung 0,600 g/100 ml

Man wiegt auf 0,1 mg genau 0,6 g wasserfreie Dextrose (4.2) ab, löst in Wasser auf, gibt die Lösung in einen 100-ml-Meßkolben (5.4), füllt mit Wasser bis zum Eichstrich auf und vermischt. Diese Lösung sollte stets frisch zubereitet werden.

4.4. Methylenblau-Lösung 0,1 g/100 ml

0,1 g Methylenblau in 100 ml Wasser lösen.

5. Geräte

5.1. Enghals-Kochkolben 250 ml.

5.2. Bürette mit seitlichem Hahn 50 ml; mit 0,05 ml-Skala.

5.3. Meßpipetten 25 ml und 50 ml.

5.4. Meßkolben 100 ml und 500 ml.

5.5. Ein Heizgerät, mit dem die Lösung gemäß den unter 6.1 beschriebenen Bedingungen auf Siedetemperatur gehalten werden kann und bei dem die Farbänderung am Titrationsendpunkt beobachtet werden kann, ohne daß dazu der Kochkolben (5.1) von der Wärmequelle genommen werden muß (siehe 6.1, Anmerkung 3).

5.6. Stoppuhr, die mindestens auf die Sekunde genau anzeigt.

6. Verfahren

6.1. Standardisierung der gemischten Fehlingschen Lösung

6.1.1. Mit der Pipette (5.3) pipettiert man 25 ml gemischte Fehlingsche Lösung (4.1.3) in einen sauberen, trockenen Kochkolben (5.1).

6.1.2. Man füllt die Bürette (5.2) mit Dextrose-Standardlösung (4.3).

6.1.3. In den Kochkolben (5.1) läßt man aus der Bürette 18 ml Dextrose-Standardlösung (4.3) laufen. Man schüttelt den Kolben, um den Inhalt zu vermischen.

6.1.4. Man stellt den Kochkolben (5.1) auf das Heizgerät (5.5), das vorher so eingestellt wurde, daß die Lösung nach 120 Sekunden \pm 15 Sekunden zum Sieden kommt.

Während der gesamten Titration darf das Heizgerät nicht anders eingestellt werden (siehe Anmerkung 1).

6.1.5. Wenn die Lösung zu sieden beginnt, setzt man die Stoppuhr in Gang (ab Null).

- 6.1.6. Den Kolbeninhalt läßt man 120 Sekunden lang kochen (Zeitmessung mit der Stoppuhr).
Gegen Ende dieser 120 Sekunden gibt man 1 ml Methylenblaulösung (4.4) hinzu.
- 6.1.7. Nach Ablauf der 120 Sekunden (mit der Stoppuhr gemessen) gibt man aus der Bürette (6.1.2) Dextrose-Standardlösung 0,5 ml-weise in den Kochkolben (5.1), bis die Färbung durch Methylenblau verschwindet (siehe Anmerkungen 2 und 3).
Man notiere die insgesamt zugegebene Menge an Dextrose-Standardlösung einschließlich der vorletzten Zugabe von 0,5 ml (X ml).
- 6.1.8. Man wiederhole Schritt 6.1.1 und 6.1.2.
- 6.1.9. Man läßt aus der Bürette (X - 0,3 ml) Dextrose-Standardlösung in den Kochkolben (5.1) laufen.
- 6.1.10. Man wiederhole 6.1.4, 6.1.5 und 6.1.6.
- 6.1.11. Nach Ablauf der 120 Sekunden (mit der Stoppuhr gemessen) gibt man Dextrose-Standardlösung aus der Bürette in den Kochkolben (5.1), zunächst in Mengen von jeweils 0,2 ml und am Ende tropfenweise, bis die Methylenblaufärbung verschwindet.
Gegen Ende dieses Arbeitsschrittes sollte die Zugabe der Dextrose-Standardlösung in Abständen von 10 bis 15 Sekunden erfolgen.
Die Zugaben von Standardlösung sollten innerhalb 60 Sekunden abgeschlossen sein, sodaß der Kochvorgang nicht länger als 180 Sekunden dauert.
Um dies zu erreichen, kann eine dritte Titration erforderlich sein, bei der anfänglich eine etwas größere Menge (entsprechend berechnet) Dextrose-Standardlösung (6.1.9) zugegeben wird.
- 6.1.12. Man notiere die bis zum Endpunkt der letzten Titration verbrauchte Menge (V_0 ml) Dextrose-Standardlösung (siehe Anmerkung 4).
- 6.1.13. V_0 soll zwischen 19 und 21 ml Dextrose-Standardlösung liegen (4.3).
Liegt V_0 außerhalb dieser Grenzwerte, so ist die Konzentration von Fehling-Lösung A (4.1.1) entsprechend zu ändern und eine erneute Standardisierung durchzuführen.
- 6.1.14. Da V_0 genau bekannt ist, ist für die täglich neu durchzuführende Standardisierung der gemischten Lösung nur eine Titration erforderlich, wobei anfänglich eine Menge von ($V_0 - 0,5$) ml Dextrose-Standardlösung zugegeben wird.

Anmerkung 1

Wenn die Lösung einmal zu kochen begonnen hat, muß eine heftige Dampfentwicklung auftreten, die während des gesamten Titrationsvorgangs anhält und somit weitestgehend verhindert, daß Luft in den Titrierkolben gelangt und dadurch eine Rückoxydation des Kolbeninhalts auftritt.

Anmerkung 2

Das Verschwinden der Methylenblaufärbung läßt sich am besten beobachten, wenn man die oberen Schichten und die Oberfläche des Titrationskolbeninhalts betrachtet, da sie relativ frei vom ausgefallenen roten Kupfer(I)-oxid sind. Bei indirekter Beleuchtung ist das Verschwinden der Färbung noch leichter festzustellen. Sehr nützlich ist das Anbringen eines weißen Schirmes hinter dem Titrierkolben.

Anmerkung 3

Während der Bestimmung sollte die Bürette so gut wie möglich gegen die Wärmequelle isoliert sein.

Anmerkung 4

Da ein individuell bedingter Faktor die Titrationsergebnisse beeinflusst, sollte derjenige, der die Bestimmung durchführt, die Standardisierungstitration selbst ausführen und bei der Berechnung seinen selbst ermittelten Wert von V_0 einsetzen.

6.2. *Vorprüfung der Probe*

- 6.2.1. Wenn das Reduktionsvermögen (2.1) der Probe nicht näherungsweise bekannt ist, muß eine Vorprüfung durchgeführt werden, um einen Näherungswert zu erhalten, damit man das Gewicht der bei der Untersuchung einzusetzenden Probensubstanzmenge (6.3) berechnen kann.
Dabei geht man folgendermaßen vor:
- 6.2.2. Man bereite ein Z %ige g/100 ml Lösung der Probe, wobei „Z“ einen geschätzten Zahlenwert hat.
- 6.2.3. Wie 6.1.2, jedoch unter Verwendung der Probenlösung (6.2.2) anstelle der Dextrose-Standardlösung.
- 6.2.4. Wie 6.1.1.
- 6.2.5. Wie 6.1.3, jedoch unter Verwendung von 10 ml Probenlösung anstelle von 18 ml Dextrose-Standardlösung.
- 6.2.6. Wie 6.1.4.
- 6.2.7. Man bringt den Inhalt des Kolbens zum Kochen. Danach gibt man 1 ml Methylenblau-Lösung (4.4) hinzu.

- 6.2.8. Sobald die Lösung zu kochen anfängt, setzt man die Stoppuhr (5.6) in Gang (von Nullstellung aus) und gibt aus der Bürette milliliterweise Probenlösung in Abständen von 10 Sekunden in den Kolben, bis die blaue Farbe des Methylenblaus verschwunden ist.
Man notiere die insgesamt zugegebene Menge an Probenlösung einschließlich der vorletzten Zugabe (Y ml).
- 6.2.9. „Y“ darf 50 ml nicht überschreiten. Sollte dies der Fall sein, so ist die Konzentration der Probenlösung größer zu wählen und die Titration zu wiederholen.
- 6.2.10. Das ungefähre Reduktionsvermögen der vorgeprüften Probe in Masseprozent errechnet sich nach der Formel:

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

6.3. *Bei der Untersuchung zu verwendende Probensubstanzmenge*

Man wiegt auf 0,1 mg genau eine Menge der zubereiteten Probe (M g) aus, die zwischen 2,85 und 3,15 g an reduzierenden Zuckern, ausgedrückt als wasserfreie Dextrose (D-Glukose), enthält, wobei zur Berechnung entweder der bekannte Näherungswert für das Reduktionsvermögen (2.1) oder der nach 6.2.10 ermittelte Näherungswert einzusetzen ist.

6.4. *Probenlösung*

Die zu analysierende Probenmenge (Mg) in Wasser lösen und mit Wasser auf 500 ml auffüllen.

6.5. *Bestimmung*

6.5.1. Wie 6.1.1.

6.5.2. Man fülle die Bürette (5.2) mit Probenlösung (6.4).

6.5.3. Aus der Bürette gibt man 18,5 ml Probenlösung in den Kochkolben. Man schüttelt den Kolben, um den Inhalt zu mischen.

6.5.4. Wie 6.1.4.

6.5.5. Wie 6.1.5.

6.5.6. Wie 6.1.6.

6.5.7. Wie 6.1.7., jedoch unter Verwendung von Probenlösung anstelle von Dextrose-Standardlösung.

6.5.8. Wie 6.1.8.

6.5.9. Wie 6.1.9., jedoch unter Verwendung von Probenlösung anstelle von Dextrose-Standardlösung.

6.5.10. Wie 6.1.10.

6.5.11. Wie 6.1.11., jedoch unter Verwendung von Probenlösung anstelle von Dextrose-Standardlösung.

6.5.12. Man notiere den Verbrauch der Probenlösung (V_1) bis zum Titrationsendpunkt.

6.5.13. V_1 soll zwischen 19 und 21 ml Probenlösung liegen. Liegt V_1 außerhalb dieser Grenzwerte, so ist die Konzentration der Probenlösung entsprechend anders zu wählen und die Schritte 6.5.1 bis 6.5.12 sind zu wiederholen.

6.5.14. Mit jeder Probenlösung sind jeweils zwei Bestimmungen durchzuführen.

6.6. *Gehalt an Trockenmasse*

Man bestimmt den Anteil an Trockenmasse der Probe nach Methode 2.

7. *Darstellung der Ergebnisse*

7.1. *Formeln und Berechnungsmethode*

7.1.1. *Reduktionsvermögen*

Das Reduktionsvermögen, berechnet als Anteil in Masseprozent der Probe, ergibt sich nach der Formel:

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

hierbei bedeuten:

V_0 = die Menge (in ml) der bei der Standardisierungstitration (6.1) verbrauchten Dextrose-Standardlösung (4.3);

V_1 = die Menge (in ml) der bei der Bestimmungstitration (6.5) verbrauchten Probenlösung (6.4);

M = das Gewicht (in g) der bei der Untersuchung verwendeten Probensubstanzmenge (6.3) aus der 500 ml Probenlösung zubereitet wurden.

7.1.2. Dextroseäquivalent

Das Dextroseäquivalent, berechnet als Anteil in Masseprozent der Trockensubstanz in der Probe, ergibt sich nach der Formel:

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

hierbei bedeuten:

PR = das Reduktionsvermögen, ausgedrückt als Anteil in Masseprozent der zubereiteten Probe (7.1.1);

D = der Anteil an Trockenmasse der zubereiteten Probe in Masseprozent.

7.1.3. Als Resultat wählt man das arithmetische Mittel von zwei Bestimmungen, sofern die Bedingungen bezüglich der Wiederholbarkeit (7.2) eingehalten werden.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied der Ergebnisse zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 1 % des arithmetischen Mittels betragen.

METHODE 9

BESTIMMUNG DER SULFATASCHES

1. Zweck und Anwendungsbereich

Die Methode erlaubt die Bestimmung des Sulfataschegehalts von:

- Glukosesirup
- getrocknetem Glukosesirup,
- Dextrose, kristallwasserhaltig,
- Dextrose, kristallwasserfrei.

2. Definition

Der Gehalt an Asche, bestimmt als Sulfatasche, wird durch Anwendung nachstehend beschriebener Methode ermittelt.

3. Prinzip

Der nach oxydierender Veraschung mit Schwefelsäure und nachfolgender Veraschung bei 525 °C verbleibende Rückstand der Probe wird bestimmt und in Masseprozent ausgedrückt.

4. Reagenzien

- 4.1. *Verdünnte Schwefelsäure*: 100 ml konzentrierte H₂SO₄ ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml; 96 % m/m) werden langsam und vorsichtig in 300 ml Wasser gegeben.

5. Geräte

- 5.1. Elektrischer Muffelofen mit Pyrometer, für 525 ± 25 °C.
- 5.2. Analysenwaage, Ablesegenauigkeit 0,1 mg.
- 5.3. Veraschungstiegel aus Platin oder Quarz in geeigneter Größe.
- 5.4. Exsikkator mit frisch aktiviertem Kieselgel oder gleichwertigem Trockenmittel und einem Feuchtigkeitsindikator.

6. Verfahren

5 g Glukosesirup oder getrockneter Glukosesirup oder etwa 10 g Dextrosemonohydrat oder wasserfreie Dextrose werden auf 0,1 mg genau in die zuvor auf Veraschungstemperatur erhitzten und im Exsikkator (5.4) abgekühlten und gewogenen Veraschungstiegel (5.3) eingewogen.

5 ml Schwefelsäure (4.1) werden hinzugefügt (8.1). Danach wird die Schale mit der Probe vorsichtig über einer Flamme oder einer Heizplatte erhitzt, bis die Probe vollständig verkohlt ist.

Während der Verkohlung werden die Dämpfe der Probe angezündet (8.2). Danach wird unter einem Abzug stärker erhitzt, um nichtgebundene Schwefelsäure abzuräumen. Danach wird der Veraschungstiegel (5.3) in den auf 525 ± 25 °C aufgeheizten Muffelofen (5.1) gestellt, bis sich weiße Asche gebildet hat, was meist in zwei Stunden erreicht werden kann (8.3).

Die Probe wird etwa 30 Minuten lang im Exsikkator (5.4) abkühlen gelassen und gewogen.

7. Darstellung der Ergebnisse

7.1. Berechnungsart und -formel

Der Gehalt an Sulfatasche, in Masse-Prozent der Probe ausgedrückt, ist gleich

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

Hierbei bedeuten:

m_0 = die ursprüngliche Masse der Versuchsprobe in g,

m_1 = Masse der Sulfataschen in g.

7.2. Wiederholbarkeit

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 2 Prozent des Aschegehalts — relativer Wert — betragen.

8. Bemerkungen

- 8.1. Um ein starkes Schäumen zu vermeiden, wird die Schwefelsäure in kleinen Mengen zugesetzt.
- 8.2. Während der ersten Verkohlung (Vorveraschung) muß besonders darauf geachtet werden, daß Verluste an Probe und Asche infolge eines zu starken Aufblähens der Masse vermieden werden.
- 8.3. Wenn sich die Probe schwer veraschen läßt, kann der Tiegel aus dem Muffelofen genommen und der Rückstand nach dem Abkühlen mit einigen Tropfen Wasser befeuchtet werden, bevor der Tiegel in den Ofen zurückgestellt wird.

METHODE 10

BESTIMMUNG DES DREHVERMÖGENS (POLARISATION)

1. Zweck und Anwendungsbereich

Die Methode gestattet die Bestimmung des Drehvermögens von

- halbweißem Zucker,
- Zucker oder Weißzucker,
- raffiniertem Zucker oder raffiniertem Weißzucker.

2. Definition

Die Polarisation ist die Drehung der Polarisationssebene von polarisiertem Licht, bedingt durch eine Zuckerlösung von 26 g Zucker in 100 ml Wasser in einem Polarisationsrohr von 200 mm Länge.

3. Prinzip

Das Drehvermögen wird mit Hilfe eines Saccharimeters oder Polarimeters nach den in der nachstehenden Methode beschriebenen Bedingungen bestimmt.

4. Reagenzien

4.1. Klärmittel: Basische Bleiazetatlösung.

560 g trockenes basisches Bleiazetat werden in etwa 1 000 ml frisch gekochtem Wasser aufgelöst.

Die Lösung wird 30 Minuten lang kochen und etwa eine Nacht lang stehen gelassen.

Die obere Schicht wird abgossen und mit kurz zuvor abgekochtem Wasser bis zum Erhalt eines Spez.-Gewichts von etwa 1,25 g/ml verdünnt ($\rho_{20} = 1,25$ g/ml). Die Lösung ist vor Luft geschützt aufzubewahren.

4.2. Diäthyl-Äther

5. Geräte

5.1. Auf das Normalgewicht von 26 g Saccharose eingestellter Saccharimeter mit Gradeinteilung oder Polarimeter

Der Apparat ist in einem Raum mit annähernd 20 °C aufzustellen und muß mittels Quarzplatten geeicht sein.

5.2. Lichtquelle in Form einer Natriumdampflampe.

5.3. Polarimeterröhren von 200 mm Länge, maximaler Fehler der Länge $\pm 0,02$ mm.

5.4. Analysenwaage, Ablesegenauigkeit 0,1 mg.

5.5. Meßkolben für 100 ml, einzeln geeicht. Bei einem tatsächlichen Fassungsvermögen von $100 \pm 0,01$ ml können sie ohne Korrektur verwendet werden. Werden diese Grenzen über oder unterschritten, sind die verwendeten Kolben auf $100 \pm 0,01$ ml zu korrigieren.

5.6. Thermostatisiertes Wasserbad, einstellbar auf $20 \pm 0,1$ °C.

6. Verfahren

6.1. Herstellung der Lösung

26 g $\pm 0,002$ g der zu untersuchenden Proben werden so rasch wie möglich abgewogen und quantitativ mit etwa 60 ml Wasser in einen 100-ml-Meßkolben (5.5) gegeben.

Unter Schütteln ohne Erhitzen lösen.

Wenn eine Klärung nötig ist, werden 0,5 ml der Bleiazetatlösung (4.1) zugegeben.

Die Lösung wird durch rotierendes Schwenken vermischt, dann werden die Kolbenwände gespült, indem das Volumen bis auf etwa 10 mm unterhalb der Marke gebracht wird.

Der Meßkolben wird in ein auf $20 \pm 0,1$ °C (5.6) eingestelltes Wasserbad eingesetzt, bis sich die Temperatur der Zuckerlösung auf einen konstanten Wert eingestellt hat.

Notfalls werden auf der Oberfläche der Flüssigkeit entstandene Blasen mit einem Tropfen Diäthyläther (4.2) beseitigt.

Dann wird bis zur Marke aufgefüllt.

Es wird vorsichtig gemischt, indem der Kolben mit der Hand mindestens dreimal umgekippt wird.

Danach werden Kolben und Inhalt 5 Minuten lang im Wasserbad bei $20 \pm 0,1$ °C stehen gelassen.

6.2. Polarisation

Bei den folgenden Schritten muß die Temperatur von $20 \pm 0,1$ °C aufrechterhalten bleiben.

6.2.1. Der Polarisationsapparat muß „0“ anzeigen.

6.2.2. Die Lösung wird durch ein Papierfilter filtriert. Die ersten 10 ml des Filtrats werden verworfen. Danach werden 50 ml des Filtrats aufgefangen.

6.2.3. Die Polarisationsröhre wird zweimal mit der Lösung 6.2.2 gespült.

Dann wird sie sorgfältig mit der zu untersuchenden Saccharoselösung bei $20 \pm 0,1$ °C gefüllt.

Beim Aufsetzen des Verschlusses sind alle Luftblasen zu entfernen.

Die gefüllte Röhre wird in den Trog des Apparats eingesetzt.

6.2.4. Die Drehung wird bis auf eine Genauigkeit von 0,05 °S oder 0,02° Bogenskala abgelesen, was fünfmal zu wiederholen ist. Von diesen Messungen ist der Mittelwert zu nehmen.

7. Darstellung der Ergebnisse

7.1. Berechnungsart und -formel

Die Ergebnisse sind in Grad S auf 0,1 °S genau anzugeben. Die Umrechnung der polarimetrischen Grade in saccharimetrische Grade erfolgt nach der Formel

$$\text{Grad S} = \text{Bogengrad} \times 2,889.$$

7.2. Wiederholbarkeit

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 0,1 °S betragen.