

Регламент (ЕИО) №1265/69 на Комисията

от 1 юли 1969 година

за установяване на методи за определяне качеството на изкупената от интервенционните агенции захар

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската икономическа общност,

като взе предвид Регламент № 1009/67/ ЕИО на Съвета¹ от 18 декември 1967 г. относно общата организация на пазара на захар, изменен с Регламент (ЕИО) № 2100/68², и по-специално член 9, параграф 8 от него;

като има предвид, че Регламент (ЕИО) № 782/68 на Комисията³ от 26 юни 1968 г. за определяне на подробни правила за прилагане по отношение на изкупуването на захар от интервенционни агенции установи различни качествени характеристики за бяла захар и сурова захар; като има предвид, че за да се предотврати държавите - членки да прилагат различни методи за определяне на тези качествени характеристики, е необходимо да се осигурят еднакви правила на равнище на Общността;

като има предвид, че общоприети методи на анализ би следвало да се използват за такива правила;

като има предвид, че въпросните методи би следвало да се направят приложими по отношение на изкупуването от интервенционните агенции от датата на влизане в сила на Регламент № 1009/67/ЕИО, тъй като при отсъствието на такива методи, договорите са били сключени под условие;

като има предвид, че предвидените в настоящия регламент мерки са в съответствие със становището на Управителния комитет по захарта,

ПРИЕ НАСТОЯЩИЯТ РЕГЛАМЕНТ:

Член 1

Методите за определяне качествените характеристики на захар, посочени в Регламент (ЕИО) № 782/68 се установяват, както е посочено в приложението към настоящия регламент.

Член 2

Настоящият регламент влиза в сила на третия ден след публикуването му в *Официален вестник на Европейските общности*.

¹ ОВ 308, 18.12.1967 г., с. 1.

² ОВ L 309, 24.12.1968 г., с. 4.

³ ОВ L 145, 27.06.1968 г., с. 6.

За изкупуването на захар от интервенционни агенции той се прилага считано от 1 юли 1968 година.

Настоящият регламент е задължителен в своята цялост и се прилага пряко във всички държави-членки.

Съставено в Брюксел на 1 юли 1969 година.

За Комисията:

Ian Leo

Председател

ПРИЛОЖЕНИЕ

МЕТОДИ ЗА ОПРЕДЕЛЯНЕ КАЧЕСТВОТО НА БЯЛА ЗАХАР В ЕИО

А. ПРОЦЕДУРА ЗА ПРИСЪЖДАНЕ НА ТОЧКИ

1. Съдържание на пепел

ICUMSA: Электропроводима пепел (Източник: Протоколи на 14-та Сесия на ICUMSA 1966, стр. 88).

Апаратура

Инструмент, измерващ проводимостта до 0.5 S cm^{-11} с точност на измерване до $\pm 2 \%$.

Препоръчително е използването на измервателни елементи, чиято температура може да бъде поддържана на $20^\circ\text{C} \pm 0.2^\circ\text{C}$ чрез на водна баня.

Градуирани колби от $100 \pm 0.05 \text{ cm}^3$, $500 \pm 0.25 \text{ cm}^3$ и $1000 \pm 0.40 \text{ cm}^3$; пипети с общо изтичане $10 \pm 0.02 \text{ cm}^3$.

За приготвяне на всички разтвори (захарни разтвори и разтвори на калиев хлорид) трябва да се използва двойно дестилирана или дейонизирана вода със специфична проводимост по-ниска от $2 \mu\text{S cm}^{-1}$.

Всички съдове и пипети трябва да бъдат грижливо изплаквани преди употреба с вода от същото качество.

Инструментите за измерване на проводимост се калибрират с разтвор от N/5000 калиев хлорид.

За тази цел, 745.5 mg калиев хлорид (чист за анализ), предварително дехидриран чрез нагряване до около 500°C -т.е. убито червено нагряване -се разтварят във вода в еднолитрова градуирана колба и допълнени до обема с вода.

Прехвърлят се 10 cm^3 от този разтвор (N/100) с пипета в 500 cm^3 градуирана колба и се допълва до обема с вода.

При точно 20°C , този разтвор N/500 на калиев хлорид ще има специфична проводимост $26.6 \pm 0.3 \mu\text{S cm}^{-1}$ след приспадане на специфичната проводимост на използваната вода.

Съгласно метода на действие на използвания инструмент, инструментът трябва да бъде така настроен, че да показва гореспоменатата стойност плюс специфичната проводимост на използваната вода; или горепосочената стойност плюс специфичната проводимост на използваната вода ще бъде използвана за пресмятане на константата на елемента.

Пресни разтвори на калиев хлорид трябва да се приготвят преди всяко калибриране.

Метод на действие

28% захарен разтвор се приготвя или чрез разтваряне $31.3 \pm 0.1 \text{ g}$ захар при $20^\circ \pm 0.2^\circ\text{C}$ в една 100 cm^3 градуирана колба или чрез разтваряне на 28 g захар във вода и допълване до 100 g .

След достатъчно разбъркване разтворът се поставя в измервателния елемент. Отчитането се прави, когато температурата на разтвора е точно $20^\circ \pm 0.2^\circ\text{C}$. Приспада се от отчетената стойност 50% от отчетената стойност за използваната вода.

Полученият по този начин резултат е:

$C_{28} = C$ отчетено -0.5 C вода

C = специфична проводимост в $\mu\text{S cm}^{-1}$.

Индексът 28 показва, че е използван 28% захарен разтвор.

Брой на точки = $0.320 \times C_{28}$.

¹ $1 \mu\text{S cm}^{-1} = 10^{-6} \cdot \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$.

² Посоченият толеранс отговаря на или съответства на ISO решения.

т.е. $3.13 \cdot \mu\text{S cm}^{-1}$ равно на 1 точка или 1 точка = 0.0018% пепел.

% на пепел = $0.320 \times 18 \times 10^{-4} \times C_{28}$.

Определянето на специфичната проводимост на използваната вода се прави, както следва:

Същото количество вода, като това използвано за захарния разтвор, се смества в 100 cm³ градуирана колба, по същия начин, както когато се разтваря захарта. Допълва се до 100 cm³ и се измерва при около 20 °C. Когато се измерва, няма нужда от прецизен термостатичен контрол, тъй като възможните корекции на температурата са ясно по-ниски от границите на грешка.

2. Цвят

Метод на Института Брунсуик

(Източник: (Schneider F., A. Emmerich and J. Dubourg, Zucker 18, 571 (1965) and Sucr. Franc., 106, 219 (1965)).

Апаратура

Стандартна Брунсуик цветова скала 0—6.

Една флуоресцентна лампа за дневна светлина се монтира в малка кутия, отворена отпред, 20 cm дълбока, 120 cm широка, 50 cm висока, по такъв начин, че перпендикулярното разстояние между лампата и захарните проби е около 35 cm.

Очите на оператора трябва да бъдат защитени срещу директната светлина на лампата чрез защитна лента с 15 cm височина.

Osram HNT 120 или Philips TL 25 W/55 лампи се предлагат като подходящи за целта.

Други лампи не би следвало да се използват без да бъдат предварително тествани, с оглед на важността на спектралното разпределение на емитираната светлина.

За да изпъкнат подходящо жълтеникавите до кафяви цветове на захарните проби, стените на кутията са боядисани отвътре в матово кафяв цвят (например с тъмно орехово цветно багрило).

На дънната повърхност се поставя бяла попивателна хартия, срещу която цветовете на захарните проби се открояват ясно.

Малката кутия трябва да се постави по такъв начин, че лампата да е на нивото на очите. Когато се прави сравнението, пробите не трябва да са изложени на пряка дневна светлина, нито осветени от други близко стоящи лампи, тъй като това прави тестването по-трудно.

Метод на действие

Захарта се поставя в малки квадратни кутии с бяла или светло синя подплата отвътре (страни 60mm, височина 28 mm) и изравнена с капака.

Трябва да се внимава кутиите с пробата и стандартните проби, да са пълни до ръба.

Цветът на подплатата трябва да бъде абсолютно еднакъв, като в противен случай могат да се получат явно неверни резултати.

Кутиите трябва да бъдат поставени една до друга, без разстояние между тях; поради това кръгли кутии не са подходящи.

Първоначално, пробата се сравнявана приблизително чрез поставянето ѝ в различни позиции върху цветова скала. След това тя се сравнява внимателно с цветовете, които са най-близко до нея.

Това се извършва чрез поставянето ѝ последователно от лявата или дясната страна на цветовете, използвани за сравнение.

Взема се средният от резултатите на трима независими наблюдатели. Този среден резултат се изразява в десети от една цветова единица.

За захар, на която кристалният размер се различава от този на стандартните проби, трябва да се наблюдава цвета, а не отражението на кристалите.

Брой на точки = цветови единици X 2, т.е. 0.5 цветови единици = 1 точка.

3. Оцветяване в разтвора

ICUMSA Метод 4 -след филтриране през мембранен филтър или 045 um (чрез живачно екструзионния метод) или 0-6 um (чрез метода Хаген-Поазбой).

(Източник: De Whalley, ICUMSA Methods of Sugar Analysis (1964, p. 57, Proc. 12th Session ICUMSA 1958, p. 55).

Апаратура

За приготвяне на разтвора се изискват : Ерленмайерови колби (200 cm^3), вакуумно филтриращ апарат за мембранни филтри, колби за филтриране (еместимост 500 или 250 cm^3), вакуумна помпа и мембранни филтри със средни диаметри на пората $0-45\text{ }\mu\text{m}$ (чрез живачно екструзионния метод) или $0-6\text{ }\mu\text{m}$ (чрез метода Хаген-Поазъой).

Концентрацията на разтвора се определя рефрактометрично.

За измерване на изчезване може да се използва всеки фотометър, които дава възможност да се извършват измервания при $420 \pm 10\text{ nm}$ с достатъчна прецизност.

Елементите трябва да бъдат така избрани, че два напълнени с дестилирана вода елемента, сравнени една с друга, да дават нулево изчезване.

Дължината на пътеката на елемента трябва да бъде най-малко 3 cm .

Метод на действие

$50\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ захар се претеглят в ерленмайерова колба с широко гърло. Добавят се или 50 g дестилирана вода по тегло или 50 cm^3 дестилирана вода по обем (градуиран цилиндър), след това се разтварят чрез разклащане или с разклащаща машина.

Не е необходимо да се търси по – голяма прецизност на концентрация, тъй като това може да се промени по време на филтриране.

Междувременно един мембранен филтър се нагива в дестилирана вода за най-малко десет минути и след това е поставен във филтриращия апарат.

Обезвъздушаване на разтвора се получава, докато се извършва филтрирането.

Концентрацията се определя рефрактометрично ($^{\circ}\text{Brix}$), елементът се изпълва след като е била първо изплакната с част от разтвора.

За избягване на появата на набраздяване в течността, елементът се затваря веднага.

Елементът за сравняване се напълва с дестилирана вода и се извършва незабавно измерване при 420 nm .

Водата, използвана в елемента за сравнение, трябва да се филтрира през мембранен филтър.

$$100 \times E_{420}$$

$$\text{ICUMSA единици} = 1000 \times \epsilon^{420} = 1000 \times \frac{\text{---}}{1 \times (^{\circ}\text{Bx}) \times d}$$

E = Коефициент на изчезване

ϵ^{420} = изчезване (отчитане)

l = дължина на пътеката на елемента (в cm)

d = специфична тегло

ICUMSA единици

Брой на точки = $\frac{\text{---}}{7.5}$ т.е. 7.5 ICUMSA единици са равни на една точка.

7.5

Б. ДОПЪЛНИТЕЛНИ КРИТЕРИИ

1. Поляризация

ICUMSA Метод 1 за сурова захар (източник: Proc. 12th Session ICUMSA 1958, p. 84 *et seq*; Proc. 13th Session ICUMSA 1962, p. 83 *et seq*; Proc. 14th Session ICUMSA 1966).

31969R1265.doc-ЦПР-редактиран

Оборудване

Поляриметър с международна скала за захар ($^{\circ}\text{S}$), отговаряща на определенията на ICUMSA.

Аналитична везна с точност до $\pm 0.001 \text{ g}$.

Градуирани колби от 100 cm^3 .

Тези колби трябва да бъдат специално калибрирани.

Техният обем трябва да бъде от $100.00 \pm 0.02 \text{ cm}^3$ или коригирани до тази степен на точност. 200 mm поляриметрични тръби не трябва да са извън толеранс от $\pm 0.03 \text{ mm}$.

Ако се използват по – къси тръби, те трябва да имат подобна относителна точност, например $100 \text{ mm} \pm 0.015 \text{ mm}$.

Крайната повърхност трябва да е успоредна в рамките на десет минути на дъгата. Въртенето на сглобената тръба около нейната оптическа ос би следвало да не причинява явна промяна в измерената стойност.

Крайните плочи не трябва да показват вътрешно напрежение, да не показват никаква оптическа активност. Тяхната повърхност трябва да бъде паралелна в рамките на пет минути на дъгата.

Използваната хартия на филтъра трябва да е със съдържание на влага между 6 и 8%.

Метод на действие

$26 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g}$ захар се претеглят и прехвърлят в градуирана колба (виж по-горе) с около 60 cm^3 дестилирана или деминерализирана вода.

Разтвор се захарта без нагряване.

Когато е необходимо избистряне, се добавя 0.5 cm^3 основен оловно-ацетатен разтвор.

Този реактив трябва да удовлетвори изискванията на ICUMSA (източник: De Whalley, ICUMSA Methods of Sugar Analysis (1964) p. 122).

След цялостно смесване, се допълва вода почти до марката.

Всяка пяна, която може да се появи, се разпръсква с капка алкохол или етер.

Оставя се колбата за петнадесет минути в термостатично контролирана водна баня (за температурата виж по-долу).

Изушава се вътрешната стена на гърлото на колбата с филтърна хартия.

Като се използва пипета с фин връх, се изпълва нивото точно до означението.

Разбърква се съдържанието на колбата, като се обръща най-малко пет пъти, като се държи с ръката затворена.

Ако е необходимо избистряне, би следвало да се извърши сега филтриране.

Размерите на филтъра трябва да са такива, че 100 cm^3 могат да бъдат наведнъж изсипани вътре.

Фунията трябва да има много къс ствол, за да може да бъде поставен на стъкленницата така, че разтворът да не се изпари. Поради същата причина, фунията трябва да бъде покрита с наблюдателно стъкло.

Тръбното съединение на поляриметъра, след като предварително е било почистено и подсушено, се изплаква два пъти с приблизително две трети от неговия обем на захарен разтвор. Когато се пълни, трябва да се внимава да няма въздушни мехурчета в тръбата.

След това тръбата се поставя в поляриметъра се правят 5 измервания с точност до $0.05 ^{\circ}\text{S}$.

- а) Когато се използва захариметър с кварцово заклиняване, цялостното оптическо въртене е функция от температурата. В този случай, разтворът се довежда до температурата на захариметъра, преди да се напълни до 100 cm^3 . Разликата между двете температури не трябва да надвишава $0.5 ^{\circ}\text{C}$.

Визуалните инструменти трябва да се отчетат пет пъти до $0.05 ^{\circ}\text{S}$. Средната стойност се изразява до една стотна от $^{\circ}\text{S}$.

Захариметърът трябва да се проверява чрез кварцова плочка, като еквивалентната стойност трябва да бъде около $100 ^{\circ}\text{S}$.

Коригиране на температурата на захариметри с кварцово заклиняване:

Прибавя се $0.03 ^{\circ}\text{S}$ на $^{\circ}\text{C}$ или се изважда $0.03 ^{\circ}\text{S}$ на $^{\circ}\text{C}$ под $20 ^{\circ}\text{C}$.

- б) Когато се прави измерване с поляриметър с кръгова скала се препоръчва употребата на тръби с обшивка. Те трябва да са свързани с водна баня, контролирана при $20^{\circ} \pm 0.2 ^{\circ}\text{C}$.

Пълненето на колбата до марката също трябва да се извършва при $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Кварцовата контролна плоча също трябва да бъде при $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Ако това не е възможно, нейната стойност трябва да бъде установена, както следва:

$$St = S_{20} (1 + 0.00014 (t - 20))$$

Пример: $S_{20} = 98.45\text{ }^{\circ}\text{S}$; $t = 23.8\text{ }^{\circ}\text{C}$

$$St = 98.45 (1 + 0.00014 \times 3.8)$$

$$= 98.45 \times 1.00053 = 98.50\text{ }^{\circ}\text{S}.$$

2. Редуциране на субстанции (инвертна захар)

ICUMSA Метод -Метод на Берлински институт.

(Източник: De Whalley, ICUMSA Methods of Sugar Analysis (1964), p. 25;

Schneider F. and Emmerich A., Zucker -Beih. 1, 17 (1951)).

Оборудване

Водна баня, 300 cm³ Ерленмайерови колби, пипети, 50 cm³ бюрети.

Реактиви

Разтвор на Мюлер: 35 g кристален меден сулфат ($\text{CuSO}_4 \times 5 \text{ H}_2\text{O}$) (Л.О.) се разтварят в 400 cm³ гореща дестилирана вода.

Също се разтварят 173 g Рошелова сол (K.Na tartrate) и 68 g of анхидритен натриев карбонат в 500 cm³ гореща вода.

След охлаждане, се смесват двата разтвора в 1-литрова градуирана колба и се допълва с до обема с вода.

Разклаща се енергично разтвора с 2 g активен въглен, и след като го се остави да престои за няколко часа, се филтрира през твърд филтър или през мембранен филтър.

Ако по време на съхранение се забелязва отделянето на малки количества меден окис, разтворът следва да се филтрира отново.

Оцетна киселина 5 N.

Йоден разтвор 0.0333 N.

Натриев тиосульфатен разтвор 0.0333 N.

Разтвор от скорбяла: 1% разтвор на разтворима скорбяла в наситен разтвор на Na CL.

Точната сила на йодния и тиосульфатния разтвори се определят чрез обичайния метод (примерно чрез калиев йодид).

Метод на действие

В една 300 cm³ Ерленмайерова колба 10 g захар се разтварят в дестилирана или де-минерализирана вода.

Чрез добавяне на вода разтворът се допълва до 100 cm³. Прибавя се 10 cm³ разтвор на Мюлер (като се използва пипета); разбърква се добре и се оставя десет минути + пет секунди на водна баня.

Възваряването не трябва да се прекъсва, като се поставя колбата на водната баня.

Колбите са така провесени, че равнището на разтвора е 2 cm под равнището на водата.

В края на периода на нагряване, бързо се охлажда в струя студена вода. Трябва да се избягва разклащане на разтвора по време на тази операция, тъй като в противен случай кислородът във въздуха може да разтвори отново част от утайката на медния окис.

След охлаждане на разтвора се прибавя 5 cm³ от 5 N оцетна киселина и веднага след това и без разбъркване се добавя известно количество излишък на 0.0333 N йоден разтвор (между 20 и 40 cm³). Утайката след това се разтваря чрез разклащане на разтвора.

Излишният йод се титрува обратно, като се използва тиосульфатния разтвор 0.0333 N.

Следните корекции се извличат от получената за консумирания йод стойност (cm³), известна като „стойност след завиране”:

- „контролна” стойност е стойността, получена за потреблението на йод по време на тест, при който се използва вода вместо захарен разтвор и който се извършва по същия начин, както

описания за „стойността след завиране” тест. Тази корекция трябва да се определя само веднъж за всяко приготвяне на разтвор на Мьолер.

Когато се използват чисти реактиви, тя не превишава $0,1 \text{ cm}^3$.

„Стойността без завиране” е стойността, получена за потреблението на йод при тест, когато сместа на захарния разтвор и на разтвора на Мьолер не се нагрява, а се остава на стайна температура в продължение на десет минути преди добавянето на оцетна киселина.

„Корекция на захарозата”, която отчита редуциращото действие на захарозата. При описаните условия (като се използва 10 г захар) това е равно на $2,0 \text{ cm}^3$.

След извличането на тези три корекции, се получава стойността за потреблението на 0.333 N йоден разтвор, за който 1 cm^3 съответства на 1 мг инвертна захар в пробата. По този начин 1 cm^3 йоден разтвор посочва 0.01% инвертна захар.

2. Влага

Метод на ICUMSA (източник: De Whalley, ICUMSA Methods of Sugar Analysis (1964) p. 44).

Претеглят се поне 20 г несмяяна захар в затворена алуминиева капсула с водонепропусклив капак или в стъклен съд с капак от шлифовано стъкло.

Диаметърът на тези съдове се избира по такъв начин, че дебелината на слоя захар да не превишава 1 см.

За тегло от 20 г, този диаметър трябва да бъде най.малко 6 см.

Поставя се пробата в пещ при 105°C в продължение на три часа.

По време на процеса на изсушаване се махат похлупаците на съдовете.

При охлаждане съдовете се поставят в сушилен шкаф. След това се претегля отново при стайна температура. За претеглянето се използва аналитична везна с точност до 0,1 мг.