

Stofnaam	Zetmeel	
Type methode	Polarimetrisch	
Te onderzoeken in	Deze methode betreft de bepaling van het gehalte aan zetmeel en afbraakproducten van zetmeel met een hoog molecuulgewicht in veevoeders in het kader van de controle op de naleving van Richtlijn 86/174/EEG en Richtlijn 96/25 EG.	
Minimum bepaalbaarheidsgrens	10 g/kg	
Herhaalbaarheid	Bundel Onderzoekmethoden	Gemiddelde KDLL ringtesten
	4 g/kg bij < 400 g/kg 1 % bij > 400 g/kg	2,7% bij 200 - 400 g/kg 2,7% bij < 400 g/kg 2,0% bij > 400 g/kg
Reproduceerbaarheid	30 g/kg bij 200 - 400 g/kg 40 g/kg bij > 400 g/kg	6,0% bij 200 - 400 g/kg 8,2% bij < 400 g/kg 4,7% bij > 400 g/kg
Categorie	A	
Titel	Bepaling van zetmeel. Polarimetrische methode. Bijlage I. Richtlijn 1999/79/EG van de Commissie van 27 juli 1999, houdende wijziging van Richtlijn 72/199/EEG betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (72/199/EEG). Publicatieblad van de EG 7-8-1999; Nr L 209/23	

## BEPALING VAN ZETMEEL

Polarimetrische methode

### 1. Doel en toepassingsgebied

Deze methode betreft de bepaling van het gehalte aan zetmeel en afbraakproducten van zetmeel met een hoog molecuulgewicht in veevoeders in het kader van de controle op de naleving van Richtlijn 86/174/EEG en Richtlijn 96/25 EG.

### 2. Principe

De bepaling bestaat uit twee delen. Het eerste deel omvat de behandeling van het warme monster met verdund zoutzuur. Na klaren en filtreren wordt de optische draaiing van de oplossing polarimetrisch gemeten.

Het tweede deel omvat de extractie van het monster met ethanol 40%. Na aanzuren van het filtraat met zoutzuur, klaren en filtreren wordt de optische draaiing gemeten onder dezelfde omstandigheden als bij het eerste deel.

Het verschil tussen de twee metingen, vermenigvuldigd met een bekende factor, geeft het zetmeelgehalte van het monster.

### 3. Reagentia

3.1 Zoutzuur 25% (g/g),  $d = 1,126$ .

3.2 Zoutzuur 1,128% (g/v)

De sterkte moet worden gecontroleerd door titratie met 0,1 N natronloog in aanwezigheid van 0,1% (g/v) methylrood in 94% (v/v) ethanol. 10 ml = 30,94 ml NaOH 0,1 N.

3.3 Carrez-I-oplossing: los op in water 10,6 g kaliumhexacyanoferraat II,  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ . Vul aan met water tot 100 ml

3.4 Carrez-II-oplossing: los op in water 21,9 g zinkacetaat  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  en 3 g ijszijn. Vul aan met water tot 100 ml

3.5 Ethanol 40% (v/v),  $d: 0,948$  bij 20°C.

### 4. Apparatuur

4.0 Normaal laboratoriumglaswerk

4.1 Erlenmeyer van 250 ml met normaalslijpstuk en terugvloeiakoeler.

4.2 Polarimeter of saccharimeter.

## 5. Uitvoering

### 5.1 *Bereiding van het monster*

Maal het monster zo fijn dat het door een zeef met ronde mazen van 0,5 mm diameter gaat.

### 5.2 *Bepaling van de totale optische draaiing (P of S) (zie opmerking 7.1)*

Weeg 2,5 g van het gemalen monster tot op 1 mg nauwkeurig af in een maatkolf van 100 ml. Voeg 25 ml zoutzuur (3.2) toe, schud de kolf om, totdat het proefmonster goed gesuspendeerd is en voeg nogmaals 25 ml zoutzuur (3.2) toe. Plaats de kolf in een kokend waterbad en schud gedurende de eerste 3 minuten krachtig en regelmatig om, klontvorming te vermijden. De hoeveelheid water in het bad moet groot genoeg zijn om aan de kook te blijven wanneer de kolf erin wordt geplaatst. De kolf mag tijdens het omschudden niet uit het water worden gehaald. Neem na precies 15 minuten de kolf uit het bad, voeg 30 ml koud water aan toe en laat onmiddellijk afkoelen tot 20°C.

Voeg toe 5 ml Carrez-I-oplossing (3.3) en schud gedurende één minuut. Voeg vervolgens 5 ml Carrez-II-oplossing (3.4) toe en schud nogmaals gedurende één minuut om. Vul aan met water tot de streep, meng en filtreer. Indien het filtraat niet volledig helder is (wat zelden voorkomt), herhaal dan de bepaling met grotere hoeveelheden Carrez-I en II-oplossingen, bijvoorbeeld 10 ml.

Meet vervolgens de optische draaiing van de oplossing in een buis van 200 mm met behulp van de polarimeter of de saccharimeter.

### 5.3 *Bepaling van de optische draaiing (P' of S') van de in 40% ethanol oplosbare stoffen*

Weeg 5 g van het monster tot op 1 mg nauwkeurig af in een maatkolf van 100 ml. Voeg ca. 80 ml ethanol (3.5) toe (zie opmerking 7.2) en laat de kolf gedurende 1 h staan bij kamertemperatuur; schud de oplossing gedurende die tijd 6 maal krachtig, zodat het proefmonster goed met het ethanol wordt vermengd. Vul vervolgens aan met ethanol (3.5) tot de streep, meng en filtreer.

Pipetteer 50 ml van het filtraat (= 2,5 g monster) in een erlenmeyer van 250 ml, voeg toe 2,1 ml zoutzuur (3.1) en schud krachtig. Verbind de erlenmeyer met een refluxkoeler en plaats hem in een bad met kokend water. Neem na precies 15 minuten erlenmeyer uit het bad, breng de inhoud ervan over in een maatkolf van 100 ml, spoel met een kleine hoeveelheid koud water en laat afkoelen tot 20°C.

Klaar vervolgens met de Carrez-oplossingen I (3.3) en II (3.4), vul aan met water tot de streep, meng, filtreer en meet de optische draaiing als aangegeven onder 5.2, tweede en derde alinea.

## 6. Berekening van de resultaten

Het zetmeelgehalte van het monster (in %) wordt als volgt berekend:

### 6.1 Metingen met de polarimeter

$$\text{Zetmeelgehalte (\%)} = \frac{2000 (P - P')}{[\alpha]_D^{20^\circ}}$$

waarin:

P = totale optische draaiing in booggraden

P' = optische draaiing in booggraden van de in 40% ethanol oplosbare stoffen

$[\alpha]_D^{20^\circ}$  = Specifieke optische draaiing van zuiver zetmeel.

De waarden die meestal voor deze factor worden gebruikt zijn de volgende:

- + 185,9°: rijstzetmeel
- + 185,7°: aardappelzetmeel
- + 184,6°: maïszetmeel
- + 182,7°: tarwezetmeel
- + 181,5°: gerstezetmeel
- + 181,3°: haverzetmeel
- + 184,0°: andere zetmeelsoorten alsmede zetmeelmengsels mengvoeders

### 6.2 Metingen m.b.v. de saccharimeter

$$\text{Zetmeelgehalte (\%)} = \frac{2000}{[\alpha]_D^{20^\circ}} \times \frac{(2N \times 0.665) \times (S - S')}{100} - \frac{26.6N \times (S - S')}{[\alpha]_D^{20^\circ}}$$

S = totale optische draaiing in saccharimetrisc graden

S' = optische draaiing in saccharimetrisc graden van de in 40% ethanol oplosbare stoffen

N = gewicht in g van de hoeveelheid saccharose, die in 100 ml water bij meting m.b.v. een buis ervan 200 mm een optische draaiing van 100 saccharimetrisc graden geeft.

Dit gewicht varieert naargelang van het type saccharimeter:

- 16,29 g van Franse saccharimeters
- 26,00 g voor Duitse saccharimeters
- 20,00 g voor gemengde saccharimeters

$[\alpha]_D^{20^\circ}$  = specifiek draaiend vermogen van zuiver zetmeel (zie 6.1).

### 6.3 Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een duplobepaling van hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan:

0,4% absoluut bij zetmeelgehalten van minder dan 40% zetmeel

1,1% relatief bij zetmeelgehalten van 40% zetmeel of meer

## 7. Opmerkingen

- 7.1 Indien het monster meer dan 6% carbonaten bevat, berekend als calciumcarbonaat, moeten deze worden ontleed vóór de bepaling van de totale optische draaiing door een behandeling met precies de daarvoor benodigde hoeveelheid verdund zwavelzuur.
- 7.2 Producten met een hoog gehalte aan lactose, zoals weipoeder, ondermelkpoeder, enzovoort worden, na het toevoegen van 80 ml ethanol (3.5) als volgt behandeld: Verbind de kolf met een refluxkoeler en plaats hem gedurende 30 minuten in een waterbad van 50°C. Laat vervolgens afkoelen en handel verder als beschreven onder 5.3.
- 7.3 Voor de hierna vermelde voedermiddelen is bekend dat zij, als ze in aanzienlijke hoeveelheden in veevoeders voorkomen, interferenties kunnen veroorzaken bij bepaling van het zetmeelgehalte via de polarimetrische methode, zodat foutieve gegevens zouden kunnen worden verkregen:
- producten van (suiker)bieten, zoals (suiker)bietenpulp, (suiker)bietenmelasse, (suiker)bietenpulp-gemelasseerd, (suiker)vinasse, (biet)suiker:
  - citruspulp
  - lijnzaad, lijnzaadschilfers, lijnzaadschroot
  - kool- en raapzaad; kool- en raapzaadschilfers; kool- en raapzaadschroot, kool- en raapzaadschillen
  - zonnebloemzaad; zonnebloemzaadschroot; zonnebloemzaadschroot van gedeeltelijk ontdopt zaad;
  - kokosschilfers; kokosschroot
  - aardappelvezels
  - gedroogde gist
  - producten met een hoog gehalte aan inuline (bijv. topinamboerchips en -meel)
  - vetkanen