

Stofnaam	Suikers	
Type methode	Luff-Schoorl titrimetrisch	
Te onderzoeken in	Mengvoeders; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders	
Minimum bepaalbaarheidsgrens	-	
Herhaalbaarheid	Bundel Onderzoekmethoden	Gemiddelde KDDL ringtesten
	-	6,7% bij 10 - 700 g/kg
Reproduceerbaarheid	-	27,4% bij 10 - 700 g/kg
Categorie	A	
Titel	Bepaling van suikers. Bijlage. Eerste richtlijn van de Commissie van 15 juni 1971 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (71/250/EEG). Publicatieblad van de EG 12-7-1971; Nr L 155/29-32	

BEPALING VAN SUIKERS

1. Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan reducerende suikers en aan suikers totaal na inversie, berekend als glucose of eventueel, na vermenigvuldigen met de factor 0,95, als saccharose. De methode is in het bijzonder toepasbaar voor mengvoeders. Voor andere veevoeders dienen bijzondere werkwijzen in acht te worden genomen. Het gehalte aan lactose moet eventueel afzonderlijk bepaald worden en bij de berekening moet het resultaat in rekening worden gebracht.

2. Principe

De suikers worden in verdunde ethanol opgelost; de oplossing wordt met de reagentia Carrez I en Carrez II geklaard. Na het wegdampen van de ethanol worden - voor en na inversie - de bepalingen uitgevoerd volgens de methode Luff-Schoorl.

3. Reagentia

3.1 Ethanol 40% (v/v), $d = 0,948$ bij 20°C , geneutraliseerd op fenolftaleïnen.

3.2 Carrez-I-oplossing: Los op 10,6 g kaliumhexacyanoferraat (II), $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, in water en vul aan met water tot 100 ml.

3.3 Carrez-II-oplossing: Los op 21,9 g zinkacetaat $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 3 g ijsazijn in water en vul aan met water tot 100 ml.

3.4 Methyloranje 1 g/l.

3.5 Zoutzuur 4 N.

3.6 Zoutzuur 0,1 N.

3.7 Natronloog 0,1 N.

3.8 Reagens volgens Luff-Schoorl:

Voeg, onder voorzichtig omzwenken, de citroenzuuroplossing (3.8.2) bij de natriumcarbonaatoplossing (3.8.3); voeg daarna toe de kopersulfaatoplossing (3.8.1) en vul aan met water tot 1 l. Laat 1 nacht staan en filtreer. De normaliteiten van het aldus verkregen reagens moeten gecontroleerd worden (0,1 N aan Cu en 2 N aan Na_2CO_3). De pH van de oplossing moet ongeveer 9,4 zijn.

3.8.1 Kopersulfaatoplossing: los op 25 g kopersulfaat p.a., vrij van ijzer, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in 100 ml water.

3.8.2 Citroenzuuroplossing: los op 50 g citroenzuur p.a., $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 50 ml water.

3.8.3 Natriumcarbonaatoplossing: los op 143,8 g natriumcarbonaat p.a., watervrij, in ca. 300

ml warm water. Koel de oplossing af.

- 3.9 Natriumthiosulfaatoplossing 0,1 N.
- 3.10 Zetmeeloplossing: voeg aan toe 1 l kokend water een suspensie van 5 g oplosbaar zetmeel in 30 ml water en houd 3 min. aan de kook; koel vervolgens af en voeg eventueel toe 10 mg kwikjodide als conserveringsmiddel.
- 3.11 Zwavelzuur 6 N.
- 3.12 Kaliumjodideoplossing 300 g/l.
- 3.13 Puimsteenkorrels, met zoutzuur uitgekookt, met water gewassen en gedroogd.
- 3.14 Isopentanol.

4. **Apparatuur**

Roteerapparaat met ongeveer 35 à 40 omwentelingen per minuut.

5. **Uitvoering**

5.1 *Bereiding van de oplossing*

Breng 2,5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een maatkolf van 250 ml. Voeg toe 200 ml ethanol (3.1) en laat de kolf gedurende 1 h roteren. Voeg toe 5 ml Carrez-I-oplossing (3.2) en schud gedurende 1 min. op. Voeg dan toe 5 ml Carrez-II-oplossing (3.3) en schud weer gedurende 1 min. om. Vul vervolgens aan met ethanol (3.1), tot de streep, meng en filtreer. Pipetteer 200 ml van het filtraat af en damp in tot op ongeveer de helft van het volume, ten einde het grootste gedeelte van de ethanol te verdrijven. Spoel het restant over met heet water in een maatkolf van 200 ml, koel af, vul aan met water tot de streep, meng en filtreer zo nodig. Gebruik deze oplossing voor de bepaling van reducerende suikers en voor de bepaling van totaal suikers na inversie.

5.2 *Bepaling van reducerende suikers*

Pipetteer een hoeveelheid van ten hoogste 25 ml van de oplossing af, die minder bevat dan 60 mg reducerende suikers, uitgedrukt als glucose. Vul zo nodig aan met gedestilleerd water tot 25 ml en bepaal het gehalte aan reducerende suikers volgens Luff-Schoorl. Druk het resultaat uit in percenten glucose.

5.3 *Bepaling van totaal suikers na inversie*

Pipetteer 50 ml van de oplossing in een maatkolf van 100 ml; voeg toe enkele druppels methylooranje (3.4) en vervolgens voorzichtig onder omzwenken, zoutzuur 4 N (3.5) totdat een duidelijke omslag naar rood verkregen is. Voeg dan toe 15 ml zoutzuur 0,1 N (3.6) en plaats de kolf gedurende 30 min. in een bad met flink kokend water. Koel snel af tot een temperatuur van ongeveer 20°C, voeg toe 15 ml natronloog 0,1 N (3.7), vul de kolf met water aan tot de streep en meng. Pipetteer een

hoeveelheid van ten hoogste 25 ml, die minder bevat dan 60 mg reducerende suikers, uitgedrukt als glucose. Vul zo nodig met gedestilleerd water aan tot 25 ml en bepaal het gehalte aan reducerende suikers volgens Luff-Schoorl. Druk het resultaat uit in percenten glucose of eventueel in saccharose, door vermenigvuldigen met de factor 0,95.

5.4 *Titratie volgens Luff-Schoorl*

Pipetteer 25 ml reagens Luff-Schoorl (3.8) in een erlenmeyerkolf van 300 ml en voeg vervolgens nauwkeurig toe 25 ml van de geklaarde suikeroplossing. Verhit na toevoeging van 2 puimsteenkorreltjes (3.13) onder omzwenken uit de hand boven een vrije vlam van matige hoogte, zodanig dat de vloeistof in ongeveer 2 min. kookt. Plaats daarna de erlenmeyerkolf onmiddellijk op een draadgaas met een asbestplaat met een opening van ongeveer 6 cm doorsnede; steek van te voren onder het draadgaas een vlam aan en regel deze zodanig dat alleen de bodem van de kolf verwarmd wordt. Verbind dan de kolf met een terugvloeikoeler. Laat van dit moment af precies 10 min. koken, koel dan onmiddellijk af in koud water en titreer na 5 min. als volgt:

Voeg aan de vloeistof toe 10 ml kaliumjodide-oplossing (3.12) en onmiddellijk daarna voorzichtig (wegens het sterke schuimen) 25 ml zwavelzuur 6 N (3.11). Titreer dan met natriumthiosulfaatoplossing 0,1 N (3.9) tot roomgeel, voeg dan 1 à 2 ml zetmeeloplossing (3.10) als indicator toe en titreer verder tot de blauwe kleur omslaat naar grijs.

Verricht eenzelfde titratie in een mengsel van nauwkeurig 25 ml reagens volgens Luff-Schoorl (3.8) en 25 ml water na het toevoegen van 10 ml kaliumjodideoplossing (3.12) en 25 ml zwavelzuur 6 N (3.11), echter zonder verwarmen.

6. **Berekening van de resultaten**

Stel vast aan de hand van de bijgevoegde tabel de hoeveelheid glucose in mg, die overeenkomt met het verschil van de beide titratie-uitkomsten, uitgedrukt in ml natriumthiosulfaatoplossing 0,1 N.
Druk het resultaat uit in percenten van het monster.

7. **Bijzondere werkwijzen**

7.1 Weeg bij veevoeders met een hoog gehalte aan melasse en bij andere veevoeders die weinig homogeen zijn 20 g af in een maatkolf van 1 l; voeg toe 500 ml water en laat gedurende 1 h roteren. Klaar daarna met telkens de viervoudige hoeveelheden Carrez-oplossingen I (3.2) en II (3.3), zoals onder 5.1 beschreven. Vul dan aan met ethanol 80% v/v tot de streep, meng en filtreer. Verwijder in dit geval de ethanol, zoals onder 5.1 beschreven. Indien verstijfseld zetmeel afwezig is, wordt met water aangevuld.

7.2 Weeg van melasse en van veevoeders die een hoog gehalte aan suikers, maar praktisch geen zetmeel bevatten (Johannesbrood, suikerbietensnijdsels, enz.) 5 g in een maatkolf van 250 ml; voeg toe 200 ml gedestilleerd water en laat gedurende 1 h, of langer indien nodig, roteren. Klaar vervolgens zoals bij 5.1 met de Carrez-oplossingen I (3.2) en II (3.2), vul aan met water tot de streep, meng en filtreer. Handel

voor de bepaling van de totaal suikers als bij 5.3.

8. Opmerkingen

- 8.1 Om schuimvorming te voorkomen, verdient het aanbeveling, vóór het verwarmen met het reagens volgens Luff-Schoorl ongeveer 1 ml isopentanol (3.1) toe te voegen (zonder rekening te houden met het volume).
- 8.2 Het verschil tussen de percenten totaal suikers na inversie, uitgedrukt als glucose, en percenten reducerende suikers, uitgedrukt als glucose, geeft - met 0,95 vermenigvuldigd - het gehalte aan percenten saccharose.
- 8.3 Indien men het gehalte aan reducerende suikers exclusief melksuiker (lactose) wil bepalen, kan men dit op 2 manieren doen:
- 8.3.1 Voor een benaderende berekening kan men het gehalte aan melksuiker - gevonden bij een afzonderlijke bepaling - vermenigvuldigen met 0,675 en het verkregen resultaat van het gehalte aan reducerende suikers aftrekken.
- 8.3.2 Voor een nauwkeurige berekening van de reducerende suikers exclusief melksuiker is het echter noodzakelijk dat bij de beide bepalingen uiteindelijk dezelfde hoeveelheid analysemateriaal in bewerking genomen wordt. Een van de bepalingen wordt uitgevoerd in een deel van de oplossing verkregen in 5.1, de andere bepaling in een deel van de oplossing verkregen bij de bepaling van melksuiker volgens de desbetreffende methode (na vergisting van ander suikers en klaring).

In beide gevallen worden de aanwezige suikers bepaald volgens Luff-Schoorl afgetrokken en het verschil wordt in percenten van het monster omgerekend.

Voorbeeld

De beide afgepipetteerde hoeveelheden komen bij elke bepaling overeen met 250 mg analysemateriaal.

In het eerste geval wordt 17 ml natriumthiosulfaatoplossing 0,1 N verbruikt, overeenkomend met 44,2 mg glucose; in het tweede geval 11 ml, overeenkomend met 27,6 mg glucose. Het verschil bedraagt dus 16,6 mg glucose.

Het gehalte aan reducerende suikers, exclusief melksuiker, berekend als glucose, bedraagt dan:

$$\frac{4 \times 16,6}{10} = 6,64\%$$

Tabel voor 25 ml reagens volgens Luff-Schoorl

ml Na₂S₂O₃ 0,1 N, 2 min. verwarmen, 10 min. koken

Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N	Glucose, fructose, invertsuiker C ₆ H ₁₂ O ₆		Lactose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Maltose C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁		Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N
ml	mg	versch l	mg	versch l	mg	versch l	ml
1	2,4	2,4	3,6	3,7	3,9	3,9	1
2	4,8	2,4	7,3	3,7	7,8	3,9	2
3	7,2	2,5	11,0	3,7	11,7	3,9	3
4	9,7	2,5	14,7	3,7	15,6	4,0	4
5	12,2	2,5	18,4	3,7	19,6	3,9	5
6	14,7	2,5	22,1	3,7	23,5	4,0	6
7	17,2	2,6	25,8	3,7	27,5	4,0	7
8	19,8	2,6	29,5	3,7	31,5	4,0	8
9	22,4	2,6	33,2	3,8	35,5	4,0	9
10	25,0	2,6	37,0	3,8	39,5	4,0	10
11	27,6	2,7	40,8	3,8	43,5	4,0	11
12	30,3	2,7	44,6	3,8	47,5	4,1	12
13	33,0	2,7	48,4	3,8	51,6	4,1	13
14	35,7	2,8	52,2	3,8	55,7	4,1	14
15	38,5	2,8	56,0	3,9	59,8	4,1	15
16	41,3	2,9	59,9	3,9	63,9	4,1	16
17	44,2	2,9	63,8	3,9	68,0	4,2	17
18	47,1	2,9	67,7	4,0	72,2	4,3	18
19	50,0	3,0	71,7	4,0	76,5	4,4	19
20	53,0	3,0	75,7	4,1	80,9	4,5	20
21	56,0	3,1	79,8	4,1	85,4	4,6	21
22	59,1	3,1	83,9	4,1	90,0	4,6	22
23	62,2		88,0		94,6		23