Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 43 (1952)

Heft: 4

Artikel: La glucose industriel et le dosage de ses constituants

Autor: Terrier, J.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982652

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 05.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Le glucose industriel et le dosage de ses constituants

Par *J. Terrier*
(Laboratoire cantonal, Genève)

Chacun sait que l'on entend par glucose industriel, glucose technique, appelé aussi sucre d'amidon, ou sirop de glucose un produit obtenu par hydrolyse de l'amidon avec un acide fort dilué. Les ouvrages spécialisés donnent comme constituants glucidiques: le glucose, le maltose et la dextrine. Les teneurs sont données soit en indiquant simplement le total des sucres réducteurs, dosés comme dextrose, soit en indiquant séparément la valeur des 3 constituants ci-dessus, en utilisant pour leur dosage le mode opératoire de *Steinhoff* [1]) par exemple.

Le nouveau processus opératoire décrit ci-dessous, est basé sur les considérations ainsi que sur les constatations expérimentales suivantes:

1. Le glucose et le maltose sont relativement solubles dans l'alcool méthylique (voir les chiffres sur cette solubilité dans le mémoire précédent: De la nature du sucre contenu dans le café vert et de son dosage.
2. Par une hydrolyse de 45 minutes en solution chlorhydrique dont la concentration correspond à celle obtenue en additionnant 7,25 cm^3 de HCl conc. d 1,19) à 100 cm^3 d'eau, le maltose est transformé en 2 molécules de glucose. Plus exactement le pouvoir réducteur du produit d'hydrolyse vis-à-vis de la liqueur de *Fehling* équivaut à celui de 2 molécules de glucose, compte tenu de la remarque faite au paragraphe suivant.
3. Quoique les prescriptions officielles [2]) pour le dosage du glucose diffèrent de celles fixées pour le maltose, soit qu'il s'agisse de la composition de la liqueur de *Fehling* elle-même, soit qu'il s'agisse du volume du liquide et du temps d'ébullition, l'expérience montre qu'un mélange de glucose et de maltose dosé selon les prescriptions indiquées pour le glucose donne un poids de Cu_2O qui est la somme des poids de Cu_2O que l'on obtiendrait dans le dosage séparé de ces deux sucres, en opérant selon les prescriptions respectives, compte tenu des écarts que l'on observe lorsque dans des conditions identiques on procède à deux dosages consécutifs de sucre par la méthode de *Fehling* et qui peuvent être de l'ordre de 1 jusqu'à 3 mg de Cu_2O.
4. L'expérience démontre qu'au cours de l'opération d'hydrolyse du maltose, le pouvoir réducteur de la molécule du glucose vis-à-vis de la liqueur de *Fehling* n'est pratiquement pas modifié, en tenant toujours compte de la remarque qui vient d'être faite ci-dessus. (Voir les effets de l'action des acides sur les sucres dans un travail récent de *Täufel* et *Müller:* «Über die Reversion von Monosacchariden» [Z.U.L. 94, 401, 1952].)

5. Du point de vue analytique, il faut distinguer dans ce que l'on désigne sous le terme de dextrine une partie soluble dans l'alcool (dans le cas particulier, ainsi qu'on le verra plus loin, il s'agit d'alcool méthylique à 95 %) et une partie insoluble. De plus, alors que l'hydrolyse en glucose de la partie soluble dans l'alcool méthylique à 95 % et que je désignerai par la suite comme dextrine I peut être obtenue dans les mêmes conditions que celles indiquées ci-dessus pour le maltose, il faut une concentration en acide chlorhydrique un peu plus forte pour l'hydrolyse complète de la dextrine insoluble dans l'alcool méthylique à 95 % et qui sera désignée comme dextrine II (concentration correspondant à l'addition de 9 cm^3 de HCl d 1,19 à 100 cm^3 d'eau, le temps d'hydrolyse restant de 45 minutes).
6. Les proportions relatives des 2 dextrines sont naturellement fonction de la concentration de l'alcool. Si l'on utilise de l'alcool méthylique pur, pratiquement à 100 % (99,5 %), pour ce fractionnement, la quantité de dextrine II est plus élevée. Ce sera le cas pour le dosage des hydrates de carbone dans les extraits de café en poudre, comme on le verra dans le travail suivant.
7. Les résultats obtenus, contrôlés en partant de quantités connues des hydrates de carbone en cause, sont valables pour autant qu'on opère selon les conditions indiquées dans le mode opératoire et pour les quantités respectives de ceux-ci ayant été trouvées dans les échantillons de glucose industriel qui étaient à ma disposition. Pour des proportions respectives qui différeraient notablement il serait bon de s'assurer, par d'autres contrôles, que la méthode convient également.

Parenthèse

Il convient de s'arrêter quelque peu sur ce terme de dextrine I par lequel on désigne ici une substance ou mieux un groupe de substances qui, bien que solubles dans l'alcool méthylique ne réduisent pas la liqueur de *Fehling* et sont hydrolysées en glucose dans les conditions indiquées.

Karrer [3] dit que si l'on arrête l'hydrolyse acide de l'amidon avant son achèvement, on obtient les amylodextrines qui, contenant des fonctions aldéhydiques réductrices, réduisent plus ou moins énergiquement la liqueur de *Fehling*. Ce sont toujours des mélanges de divers produits de dégradation.

Le traité de chimie organique de *Grignard* [4]) mentionne les dextrines comme des produits chimiques insolubles dans l'alcool, très mal définis chimiquement.

L'ouvrage de *Wattiez* et *Sternon* [5]) donne une liste comprenant 7 sortes de dextrines et signale que *Biltz* [6]) en mesurant leur pression osmotique a trouvé pour celles-ci les poids micellaires ci-desous qui diminuent au fur et à mesure de la dépolymérisation:

Amylodextrine	20 500 — 22 200
Achrodextrines condensées	8 200 — 11 700
Erythrodextrines	3 000 — 6 800
Acidodextrines	4 000 — —

Dextrines du commerce	2 700 —	6 200
Achrodextrines dépolymérisées	1 200 —	1 800
Dextrines	950 —	—

On voit par ce qui précède qu'il est difficile de définir chimiquement exactement la dextrine et que cette incertitude se répercute nécessairement dans le domaine analytique.

Mode opératoire

Peser exactement dans un petit becher de 50 cm³ une quantité de substance comprise entre 2 g et 2,5 g; dissoudre dans l'eau chaude (bain-marie) et transvaser dans un ballon jaugé de 50 cm³. Refroidir, compléter au trait et bien mélanger.

Prélever 20 cm³ dans une éprouvette à centrifuger de la grandeur décrite dans le travail déjà cité sur le dosage du saccharose dans le café vert, éprouvette qui a été tarée au préalable, puis plonger l'éprouvette dans un bain-marie et évaporer complètement à sec la solution. Introduire à ce moment 3,5 cm³ d'eau et une baguette de verre et remettre l'éprouvette dans le bain-marie juste le temps suffisant pour dissoudre la masse sucrée, en s'aidant pour cela de la baguette. Sitôt la dissolution complète obtenue, on refroidit puis on ajoute goutte à goutte au début et en remuant avec la baguette 70 cm³ d'alcool méthylique. Si l'opération est bien faite, on doit obtenir un précipité parfaitement pulvérulent. La concentration finale de l'alcool méthylique (dilution par la solution sucrée) est de 95 %. On sort la baguette et on la place dans une éprouvette ordinaire contenant quelques cm³ d'alcool méthylique.

Remarque: La quantité d'eau indiquée ci-dessus a été déterminée par l'expérience. Au-dessous de celle-ci, il se forme, lors de l'addition de l'alcool une certaine quantité d'une masse dure qui colle fortement à la baguette ainsi qu'aux parois de l'éprouvette et qui est nuisible au résultat que l'on veut obtenir.

A l'aide du dispositif décrit dans le travail déjà cité à deux reprises (dosage du saccharose dans le café vert) on agite pendant 1 heure et on procède pour la suite, exactement comme dans l'extraction du saccharose dans le café vert, l'alcool méthylique étant simplement employé en lieu et place de l'alcool éthylique à 60 %. Il faut prendre soin, au moment d'ajouter les 50 cm³ d'alcool méthylique pour la seconde extraction d'ajouter celui de l'éprouvette où se trouve la baguette et de renouveler celui-ci, afin de dissoudre le plus complètement possible, les traces de substance qui pourraient adhérer à la baguette et de les détacher au besoin avec une autre baguette munie d'un balai de caoutchouc humecté d'alcool méthylique. Il faut encore prendre soin, lorsqu'on renouvelle l'alcool de frotter les parois de l'éprouvette à contrifuger avec la baguette pour détacher le mieux possible le léger dépôt formé sur celles-ci. Enfin, il faut également prendre soin d'enduire légèrement de vaseline les bords de la capsule de porcelaine dans laquelle est évaporée la solution alcoolique décantée après centrifugation, ceci pour éviter un dépôt de sucre sur ses bords.

Remarque: Si l'on veut procéder parallèlement au dosage de l'eau du glucose industriel, la solution alcoolique décantée est évaporée dans un flacon à peser de forme spéciale, tel que celui qui est représenté dans le «Handbuch der Lebensmittelchemie de *Bömer; Juckenack* et *Tillmans* (Berlin 1938), vol. VII, p. 307) et dans lequel on dispose environ 15 g de sable pur, étalé en couche régulière, le tout ayant été taré au préalable dans les conditions habituelles.

Dans l'un ou l'autre cas, l'évaporation de la solution alcoolique doit être faite à douce température (sans qu'il y ait ébullition) pour éviter les pertes par projection.

L'évaporation des 3 extraits alcooliques successifs étant obtenue, le flacon à peser est chauffé pendant 2 heures à la température de 95°, ceci pour d'une part, éviter une caramélisation de la substance et d'autre part, le départ de l'eau de cristallisation du maltose. Ce temps de chauffage est suffisant pour obtenir le poids constant. On vérifie que c'est bien le cas.

De son côté, l'éprouvette à centrifuger avec le résidu insoluble (dextrine II) est mise tout d'abord sur une étuve, par exemple, pour chasser les restes d'alcool méthylique, puis elle est placée pendant 1 h. dans une étuve à 103—105° et pesée après refroidissement. La différence de poids donne directement la dextrine II, pratiquement exempte de matières minérales (traces de sulfates).

En additionnant ce poids à celui du résidu du flacon à peser spécial, on obtient la substance sèche totale et par différence avec 100 la teneur en eau du produit.

Séparation et dosage du glucose, du maltose et de la dextrine I

Pour cela, la masse solide dans le flacon à peser spécial ou le résidu dans la capsule de porcelaine, si l'on n'a pas fait le dosage de l'eau, sont repris par de l'eau très chaude et la solution sucrée est transvasée quantitativement, c'est à dire en effectuant les lavages nécessaires, dans un ballon jaugé de 100 cm³. Dans le cas du flacon à peser spécial, on évite le plus possible d'entraîner du sable. On complète avec de l'eau jusqu'au volume de 95 cm³ environ, puis après refroidissement à la température ordinaire, on ajoute successivement et en mélangeant chaque fois 0,25 cm³ de chacune des deux solutions de *Carrez* (solution de ferrocyanure de potassium à 15 % et solution d'acétate de zinc à 23 %); on complète au trait, on mélange vivement, on transvase dans une ou au besoin 2 éprouvettes à centrifuger, on centrifuge et on décante. Sur le liquide limpide obtenu, filtré encore, s'il reste par hasard quelques petits flocons en suspension, sur un petit tampon de coton hydrophile disposé au fond du cône d'un entonnoir, seront prélevées les diverses fractions nécessaires aux dosages qui suivent:

1. *Dosage du glucose*

   Méthode de *Steinhoff* [2])

   Réactifs: a) Solution de *Fehling I;*

   b) Solution d'acétate de sodium (500 g d'acétate de sodium crist. %;

c) Acide chlorhydrique à 10 %;
d) Solution de bicarbonate de sodium à 8 %;
e) Solution 0,1 N d'iode;
f) Solution 0,1 N d'hyposulfite de sodium;
g) Solution d'amidon à 1 %.

Prélever 15 cm³ de la solution ci-dessus dans un erlenmeyer de 200 cm³, ajouter 10 cm³ de la solution de *Fehling* I, 20 cm³ de la solution d'acétate de sodium, 5 cm³ d'eau, mélanger et plonger l'erlenmeyer pendant 20 minutes dans un bain-marie bouillant. Sortir ensuite l'erlenmeyer, attendre 1 à 2 minutes (pas plus), puis introduire 10 cm³ de HCl à 10 % et agiter (en tournant) jusqu'à complète dissolution de l'oxydule de cuivre. On ajoute 10 cm³ de la solution de bicarbonate, on mélange avec précaution et à l'aide d'une burette on laisse couler de la solution 0,1 N d'iode jusqu'à ce que la solution prenne une couleur vert-foncé. A ce moment, on refroidit à 15°, puis on titre l'excès d'iode avec une solution 0,1 N d'hyposulfite de sodium, en ajoutant près du terme de la titration, quelques gouttes de solution d'amidon comme indicateur. (On fera bien. auparavant, de se faire la main avec une solution de glucose de titre connu.)

L'excès de solution d'iode doit être au minimum de 5 cm³ de solution 0,1 N.

Le poids de glucose correspondant au nombre de cm³ d'iode obtenu dans la titration est donné par le tableau ci-dessous:

cm³ 0,1 N iode	mg glucose	cm³ 0,1 N iode	mg glucose
1	6,1	6	18,1
2	8,6	7	20,5
3	11,2	8	23,2
4	13,4	9	25,8
5	15,6	10	28,4

2. *Dosage du glucose + maltose*

Opérer ce dosage en se conformant aux prescriptions officielles pour le dosage du glucose. N'ajouter cependant que 35 cm³ d'eau (au lieu des 60 qui sont prescrits) et employer 50 cm³ de solution sucrée (au lieu de 25).

Calcul de la teneur en maltose

Connaissant par la titration selon 1 la teneur en glucose, on calcule quel est le poids d'oxydule de cuivre correspondant à la prise de 50 cm³ et on soustrait celui-ci du total obtenu sous 2. On lit dans la table [3]) la teneur en maltose hydraté correspondant à cette différence et on calcule finalement en %.

3. *Dosage de la dextrine I*

25 cm^3 de la solution sucrée sont introduits dans un ballon jaugé de 50 cm^3, puis sont additionnés de 2,55 cm^3 de HCl de 1,19 et de 10 cm^3 d'eau. Le tout est convenablement mélangé et le ballon est plongé dans un bain-marie bouillant pendant 45 minutes. Pour éviter une concentration de la solution, on dispose simplement sur le col du ballon, une boule de verre en forme de poire pleine d'eau froide et qui fera fonction de réfrigérant. Lorsque la moitié du temps ci-dessus est écoulée, on mélange à nouveau le contenu du ballon, on renouvelle l'eau de la poire et on continue à chauffer.

Après refroidissement, on neutralise exactement, en présence d'une goutte de méthylorange, à l'aide de Na OH à 20 % (il en faut environ 6 cm^3), on refroidit encore à la température de gradulation du ballon jaugé et on complète au trait.

45 cm^3 (25 + 20) sont utilisés pour la réduction de la liqueur de *Fehling* dans les conditions indiqués pour le dosage du glucose (n'ajouter, war conséquent, que 40 cm^3 d'eau au lieu de 60). Le poids de Cu_2O obtenu est multiplié par $\frac{50}{45}$, soit par $\frac{10}{9}$.

Calcul de la teneur en dextrine I

a) On détermine à l'aide de la table déjà indiquée quelle est la quantité de Cu_2O qui correspond à celle du glucose contenu dans le volume de 25 cm^3

b) On calcule de la même façon le poids de maltose hydraté pour la prise de 25 cm^3 et on note le poids de Cu_2O qui correspond à un même poids de glucose.

Le total de ces deux poids est alors soustrait de celui obtenu sous 3 et la différence exprimée en glucose, puis multiplié par 0,9 donne la teneur en dextrine I *).

Exemple d'analyse d'un glucose commercial avec les calculs complets

Poids de glucose initial: g 2,0365
20 cm^3 = 0,8146

a) Titration du glucose selon 1

Obtenu 5,7 cm^3 de solution 0,1 N d'iode qui correspondent à mg 17,35 de glucose.

$$\text{Glucose } \% : \frac{0{,}01735 \times 100 \times 100}{15 \times 0{,}8146} = 14{,}2$$

*) Voir un contrôle de la méthode dans le mémoire suivant.

b) Poids de Cu_2O obtenu selon 2: g 0,2412

Poids de Cu_2O correspondant à la quantité de glucose de la prise = g 0,1282.

0,2412 — 0,1282 = 0,1130 correspondant à g 0,095 de maltose hydraté.

$$\text{Maltose hydraté } \% : \frac{0{,}095 \times 2 \times 100}{0{,}8146} = 23{,}3$$

c) Poids de Cu_2O obtenu selon 3: g 0,2721, ce qui donne pour 25 cm³ g 0,3023.

Pour ce même volume la quantité de Cu_2O qui correspond au glucose est de g 0,0632 et celle qui correspond au maltose est de g 0,1050 (on calcule donc ici le poids de maltose de la prise de 25 cm³, soit g 0,0465 et on prend le poids de Cu_2O qui équivaut à un même poids de glucose).

g 0,0632 + g 0,1050 = g 0,1682
g 0,3023 — g 0,1682 = g 0,1341
équivalant à g 0,0605 deg lucose.

$$\text{Dextrine 1 } \% : \frac{0{,}0605 \times 4 \times 100 \times 0{,}9}{0{,}8145} = 26{,}75$$

d) % de dextrine II obtenu par pesée: 18,85
e) % de matières minérales (prise spéciale) : 0,7
f) % de H_2O : 15,4

calculé selon les indications données précédemment, c'est à dire en additionnant le poids des hydrates de carbone solubles dans CH_3OH à 95 %, puis le poids de dextrine II, en soustrayant le total obtenu de 100 et en l'exprimant finalement en %.

Récapitulant ces divers résultats, on a:

H_2O %	: 15,4
Matières minérales %	: 0,7
Glucose %	: 14,2
Maltose %	: 23,3
Dextrine I %	: 26,75
Dextrine II %	: 18,85
Total	: 99,20

Remarque: Ainsi qu'on l'a eu le dosage du glucose a été fait par la méthode de *Steinhoff* qui permet aussi d'exécuter le dosage du maltose et celui de la dextrine.

En essayant cette méthode avec des quantités connues de ces trois glucides, je me suis rendu compte que son application était délicate; de plus, si j'ai retrouvé pour le glucose des chiffres voisins de la quantité pesée, ceux du maltose

étaient trop faibles. C'est la raison pour laquelle je n'en ai gardé que la première partie intéressant le dosage du glucose et que j'ai choisi la méthode de *Fehling* pour le dosage des autres glucides, malgré les écarts auxquels j'ai fait allusion au début de ce mémoire.

Résumé

Est décrite une méthode de séparation et de dosage des hydrates de carbone du glucose industriel.

Celle-ci est basée sur l'emploi de l'alcool méthylique qui permet de séparer le glucose, le maltose et une fraction de la dextrine.

Le glucose est dosé selon la méthode de *Steinhoff;* la méthode de *Fehling*, combinée avec une hydrolyse permet le dosage du maltose et celui de la fraction de la dextrine, soluble dans CH_3OH. La fraction insoluble est dosée par pesée. La méthode permet en plus de faire parallèlement le dosage de l'eau.

Zusammenfassung

Es wird eine Trennungs- und Bestimmungsmethode für die in technischer Glykose enthaltenen Kohlenhydrate beschrieben. Sie stützt sich auf die Verwendung von Methylalkohol, welcher gestattet, Glucose, Maltose und einen Teil des Dextrins voneinander zu trennen.

Die Glucose wird nach der Methode von *Steinhoff* bestimmt. Die *Fehling'sche* Methode gestattet, verbunden mit einer Hydrolyse, die Bestimmung der Maltose und derjenigen Dextrinfraktionen, welche in Methylalkohol löslich sind. Der unlösliche Dextrinanteil wird durch Wägen ermittelt.

Die Methode erlaubt es, den Wassergehalt zusätzlich daneben zu bestimmen.

Littérature

1) *Bömer, Juckenack, Tillmans*, Handbuch der Lebensmittelchemie, vol. II/2, 900 (1935).
2) Manuel suisse des denrées alimentaires, 4ème édit. française 171—173 (1939).
3) Traité de chimie organique, traduction de Ph. Grandjean, 358 (1948).
4) Traité de chimique organique, tome VIII, fascicule II, 635 (1938).
5) Eléments de chimie végétale, 2ème édit. 395 (1942).
6) Zeitschr. phys. chem. 83, 683 (1913).
7) Manuel suisse des denrées alimentaires, 4ème édit. française, pages 451 et suivantes, table 8 (1939).