

Stofnaam	Blauwzuur (vrij en gebonden)
Type methode	destillatie met titratie na enzymatische ontsluiting
Te onderzoeken in	veevoeders en veevoedergrondstoffen, in het bijzonder lijnzaadproducten, tapiocameel en bepaalde bonensoorten
Minimum bepaalbaarheidsgrens	-
Herhaalbaarheid	-
Reproduceerbaarheid (binnen laboratorium)	-
Aantoonbaarheid	-
Categorie	D
Titel	Bepaling van blauwzuur EEG L155/15-16 (12-7-1971)

1 Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van vrij en aan glycosiden gebonden blauwzuur in veevoeders, in het bijzonder in lijnzaadproducten, tapiocameel en bepaalde boonsoorten.

2 Principe

Het monster wordt in water gesuspenseerd. Het blauwzuur wordt onder inwerking van enzymen vrijgemaakt, met stoom overgedestilleerd en in een bepaald volume aangezuurde zilvernitraatoplossing opgevangen. Het zilverblycyanide wordt afgefilterd en de overmaat zilvernitraat teruggetitreerd met ammoniumthiocyanaat.

3 Reagentia

- 3.1 Suspensie van zoete amandelen
Wrijf 20 zoete, gepelde amandelen fijn in 100 ml water van 37 à 40°C. Controleer in 10 ml van deze suspensie of blauwzuur afwezig is met behulp van natriumpikraatpapier of door een blancobepaling uit te voeren, als beschreven onder 5, laatste alinea.
- 3.2 Natriumacetaatoplossing 100 g/l, neutraal op fenolftaleïnen
- 3.3 Antischuimemulsie (b.v. siliconen)
- 3.4 Salpeterzuur, $d = 1,40$
- 3.5 Zilvernitraatoplossing 0,02 N
- 3.6 Ammoniumthiocyanaatoplossing 0,02 N
- 3.7 Verzadigde ammoniumijzer(III)-sulfaatoplossing
- 3.8 Ammonia, $d = 0,958$

4 Apparatuur

- 4.1 Broedstoof met thermostaat, ingesteld op 38°C
- 4.2 Stoomdestillatieapparaat met een koeler met gebogen allonge
- 4.3 Platbodemkolven van 1000 ml met ingeslepen stop
- 4.4 Oliebad
- 4.5 Buret, onderverdeeld in 1/20 ml

5 Uitvoering

Breng 20 g van het monster, tot op 5 mg nauwkeurig gewogen, in een platbodempkolf van 1000 ml, voeg toe 50 ml water en 10 ml suspensie van zoete amandelen (3.1). Sluit de kolf en plaats het geheel gedurende 16 h in de broedstof bij 38°C. Koel vervolgens af tot kamertemperatuur en voeg dan toe 80 ml water, 10 ml natriumacetaatoplossing (3.2) en 1 druppel antischuimemulsie (3.3).

Verbind de kolf met het stoomdestillatieapparaat en plaats haar in een oliebad, dat vooraf op een temperatuur van iets meer dan 100°C is gebracht. Destilleer 200 à 300 ml af onder krachtig inleiden van stoom en onder zacht verwarmen van het oliebad. Vang het destillaat op in een erlenmeyerkolf, afgeschermd van het licht, welke precies 50 ml zilvernitraatoplossing 0,02 N (3.5) en 1 ml salpeterzuur (3.4) bevat. Zorg er voor dat het uiteinde van de allonge zich in de zilvernitraatoplossing bevindt.

Breng de inhoud van de erlenmeyerkolf over in een maatkolf van 500 ml, vul aan met water tot de streep, meng en filtreer. Titreer u 250 ml van dit filtraat -na toevoeging van ca. 1 ml ammoniumijzer(III)-sulfaatoplossing (3.7)- de overmaat zilvernitraat met ammoniumthiocyanaatoplossing 0,02 N uit buret, onderverdeeld in 1/20 ml, terug.

Verricht eventueel een blanco-bepaling op gelijke wijze met 10 ml suspensie van zoete amandelen (3.1), doch zonder analysemonster

6 Berekening van de resultaten

Indien blijkt dat bij de blanco-bepaling zilvernitraatoplossing verbruikt wordt, dan wordt deze hoeveelheid in mindering gebracht op het volume aan zilvernitraat, verbruikt door het destillaat van het monster.

1 ml AgNO_3 0,02 N komt overeen met 0,54 mg HCN. Druk het resultaat uit in percenten van het monster.

7 Opmerking

Indien het monster een aanzienlijke hoeveelheid sulfiden bevat (b.v. bij bonen), dan vormt zich een zwartachtig neerslag van zilverulfide, dat tezamen met het zilbercyanideneerslag afgefiltreerd wordt. De vorming van dit neerslag veroorzaakt een verbruik aan zilvernitraatoplossing 0,02 N, zodat het volume in mindering gebracht moet worden op het volume waaruit het gehalte aan HCN berekend wordt. Handel hiertoe als volgt:

Behandel het neerslag op het filter met 50 ml ammonia (3.8) om het zilbercyanide op te lossen. Was vervolgens uit met verdunde ammonia, bepaal in het residu het gehalte aan zilver en reken dit om in ml zilvernitraatoplossing 0,02 N.

Het gehalte aan HCN in het monster kan ook bepaald worden door titratie van het ammoniakale filtraat, na aanzuren met salpeterzuur.