

Stofnaam	Vluchtige mosterdolie
Type methode	destillatie met titratie na enzymatische ontsluiting
Te onderzoeken in	Koeken van Brassica en Sinapsis-soorten, mengvoeders die mosterdolie bevatten
Minimum bepaalbaarheidsgrens	-
Herhaalbaarheid	-
Reproduceerbaarheid (binnen laboratorium)	-
Aantoonbaarheid	-
Categorie	A
Titel	Bepaling van mosterdolie Richtlijn 71/250/EEG

BEPALING VAN MOSTERDOLIE

1 . Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan met waterdamp vluchtige mosterdoliën (berekend als allylthiocyanaat) in koeken van Brassica - en Sinapissoorten , alsmede in mengvoeders die mosterdolie bevatten .

2 . Principe

Het monster wordt in water gesuspendeerd . De mosterdoliën worden door de inwerking van enzymen vrijgemaakt , na toevoegen van ethanol overgedestilleerd en opgevangen in verdunde ammonia . De oplossing wordt met een bepaalde hoeveelheid zilvernitraatoplossing verwarmd , afgekoeld en gefiltreerd . De overmaat zilvernitraat wordt teruggetitreerd met ammoniumthiocyanaatoplossing .

3 . Reagentia

- 3.1 . wit mosterdzaad (Sinapis alba) .
- 3.2 . ethanol 95 à 96 % (v/v) .
- 3.3 . antischuimemulsie (b.v . siliconen) .
- 3.4 . ammonia , d = 0,958 .
- 3.5 . zilvernitraatoplossing 0,1 N .
- 3.6 . ammoniumthiocyanaatoplossing 0,1 N .
- 3.7 . salpeterzuur , d = 1.40 .
- 3.8 . verzadigde ammoniumijzer (III) sulfaatoplossing .

4 . Apparatuur

- 4.1 . Platbodemkolven van 500 ml met ingeslepen stop .
- 4.2 . Destillatietoestel met koeler en opzet (spatbol) die voorkomt dat vloeistofdruppeltjes meegesleurd worden .

5 . Uitvoering

Breng 10 g van het monster , tot op 1 mg nauwkeurig gewogen , in een platbodemkolf van 500 ml .

Voeg tot 2 g fijngewreven wit mosterdzaad (3.1) (enzymdrager) en 200 ml water van 20 * C . Sluit de kolf en laat onder herhaald omzwenken gedurende 2 h bij ca . 20 * C staan .

Voeg vervolgens toe 40 ml ethanol (3.2) en een druppel antischuimemulsie (3.3) .

Destilleer ongeveer 150 ml over en vang het destillaat op in een maatkolf van 250 ml die 20 ml ammonia (3.4) bevat , waarbij er voor gezorgd moet worden dat het uiteinde van de koeler zich in de opvangvloeistof bevindt .

Voeg dan aan de maatkolf toe 50 ml zilvernitraatoplossing 0,1 N (3.5) (of zo nodig meer) , plaats op de kolf een kleine trechter en verwarm het mengsel gedurende 1 h op een kokend waterbad .

Koel daarna af , vul aan met water tot de streep , meng en filtreer . Pipeteer van het heldere filtraat 100 ml af , voeg toe 5 ml salpeterzuur (3.7) en ongeveer 5 ml ammoniumijzer (III) sulfaatoplossing (3.8) en titreer de overmaat zilvernitraat terug met de ammoniumthiocyanaatoplossing 0,1 N (3.6) .

Verricht op gelijke wijze een blancobepaling met 2 g fijngewreven wit mosterdzaad , echter zonder analysemonster .

6 . Berekening van de resultaten

Verminder het volume aan zilvernitraatoplossing 0,1 N , verbruikt bij het monster , met het volume aan zilvernitraatoplossing 0,1 N , verbruikt bij de blanco . Deze uitkomst geeft het aantal ml zilvernitraatoplossing 0,1 N , verbruikt door de mosterdolie in het monster .

1 ml AgNO₃ 0,1 N komt overeen met 4,956 ml allylthiocyanaat . Druk het resultaat uit in percenten van het monster .