Gerhardt

APPLICATION NOTE

Bestimmung von Blausäure in Lebensmitteln

Methode basierend auf **VDLUFA Methodenband 3, Methode 16.3.2, AOAC 915.03** – Hydrocyanic acid in beans. Titrimetric methods, **ISO 2164-1975** – Determination of glycosidic hydrocyanic acid







Einleitung

Cyanogene Glycoside sind chemische Verbindungen, die natürlicherweise in pflanzlichen Lebensmitteln wie Aprikosenkernen, Bittermandeln und Leinsamen vorkommen. Diese Lebensmittel werden zum direkten Verzehr angeboten, werden aber auch traditionell wegen ihrer Aromaeigenschaften für Marzipan, Persipan und verwandte Produkte verwendet. Beim Kauen und Verdauen wird Blausäure, auch Cyanwasserstoff, aus diesen Verbindungen freigesetzt. Da Blausäure, sowie alle Cyanide, eine toxische Wirkung hat, kann es bei einem übermäßigen Verzehr zu schweren Vergiftungen kommen, die sogar tödlich verlaufen können. Die Europäischen Kommission hat daher

C. Gerhardt Geräte:

VAPODEST 200 - 400

Zusätzliche Ausstattung:

- Analysenwaage
- Manuelle Bürette
- Brutschrank
- C. Gerhardt Cyanid Stopfen
- C. Gerhardt Alkohol-Kit
- C. Gerhardt KDD800 Kolben

Grenzwerte für den Blausäuregehalt in verschiedenen Lebensmitteln festgelegt. Die Verordnung **(EU)** 2022/1364 enthält eine Änderung der Verordnung **(EG)** Nr. 1881/2006 hinsichtlich der Höchstgehalte für Blausäure in bestimmten Lebensmitteln. Die aktuellen Höchstwerte für Blausäure (einschließlich in Blausäuregycosiden gebundener Blausäure) sind folgende:

- 250 mg/kg für unverarbeitete ganze, geriebene, gemahlene, geknackte oder gehackte Leinsamen
- 150 mg/kg für unverarbeitete ganze, geriebene, gemahlene, geknackte oder gehackte Leinsamen, die für Endverbraucher in Verkehr gebracht werden
- 35 mg/kg für unverarbeitete ganze, geriebene, gemahlene, geknackte oder gehackte Mandeln, die für Endverbraucher in Verkehr gebracht werden
- 20 mg/kg für unverarbeitete ganze, geriebene, gemahlene, geknackte oder gehackte Aprikosenkerne, die für Endverbraucher in Verkehr gebracht werden
- 50 mg/kg für Maniok (Kassawawurzel), frisch & geschält
- 10 mg/kg für Maniok-Mehl und Tapiokamehl

APPLICATION NOTE



Die Methode

Bei der Bestimmung des Blausäuregehaltes wird die Probe zunächst in Wasser aufgeschlämmt und mit β-Glucosidase aus Süßmandeln versetzt und inkubiert. Die glycosidisch gebundene Blausäure wird dabei aufgeschlossen, Die Probe wird anschließend in den VAPODEST eingesetzt, mit Natriumacetatlösung versetzt und im Wasserdampfstrom abdestilliert. Das Destillat wird in einem definierten Volumen von angesäuerter Silbernitratlösung aufgefangen und bildet dort Silbercyanid. Das entstandene Silber Thiocyanat wird abfiltriert und der Überschuss an nicht reagiertem Silbernitrat mit einer Ammoniumthiocyanatlösung zurücktitriert.

→ **Applikationsnotiz**: die Ergebnisermittlung aus dem erzeugten Destillat kann alternativ auch mittels HPLC- oder CFA-Verfahren erfolgen.

Probenvorbereitung und Einwaage

Die Probe muss repräsentativ und homogen sein. Unmittelbar vor dem Wiegen wird die Probe noch einmal gründlich von Hand gemischt. Typische Probengewichte liegen zwischen 0,5 g und 20 g, je nach HCN-Gehalt der Probe.

Enzymatische Hydrolyse

Probe, gemahlene Süßmandeln und Wasser werden in den Kolben gegeben. Anschließend wird der Kolben mit dem Gummistopfen (C. Gerhardt Cyanidstopfen) gasdicht verschlossen und im Einsatzgestell im Trockenschrank bei 38 °C für mindestens 12 Stunden inkubiert.

Applikationsnotiz: Der Kolben sollte auf Raumtemperatur abgekühlt sein, bevor der Stopfen entfernt wird.

Destillation

Sobald die Proben abgekühlt sind, wird der Gummistopfen entfernt und der Kolben umgehend in den VAPODEST eingespannt. Bei stark schäumenden Proben können einige Tropfen Antischaum-Lösung zugegeben werden. Die Probe wird automatisch mit Natriumacetatlösung versetzt, anschließend wird eine Wasserdampfdestillation durchgeführt. Die Kondensat-Einleitung in die Vorlage erfolgt mittels geeigneter Kapillare direkt in einen 500 ml fassendes Vorlagegefäß, welches mit der Vorlage aus AgNO3 und HNO3 befüllt wurde. Die Menge des Silbernitrats ist abhängig von der enthaltenen Blausäuremenge der Probe. Die Silbernitratvorlage sollte mit einer Vollpipette zugegeben werden, da dieses exakte Volumen zur Berechnung herangezogen werden muss.

Titration

Nach Beendigung der Destillation wird das Destillat quantitativ mit destilliertem Wasser über einen Faltenfilter in einen trockenen Messkolben mit einem Fassungsvermögen von 500 ml überführt. Anschließend wird der Faltenfilter mit destilliertem Wasser gespült und der Messkolben bis zur Markierung aufgefüllt.

Die Titration wird mit einem Aliquot (200ml) des gewonnenen Filtrats durchgeführt.

APPLICATION NOTE



Bindwert

Für die Blindwertbestimmung wird die Analyse (Inkubation + Destillation + Titration) nur mit den angegebenen Chemikalien ohne Probe durchgeführt. Zeigt der Blindversuch einen Verbrauch an Silbernitratlösung, dann wird dieser von dem Silbernitratverbrauch des Hauptversuchs abgezogen.

Berechnung

Der HCN Anteil kann mit der folgenden Gleichung berechnet werden: 1 ml Silbernitratlösung, c = 0,02 mol/l, entspricht 0,54 mg Blausäure (bei der Verwendung von 200ml Filtrat).

$$w_{HCN}\left(\frac{mg}{kg}\right) = \frac{1350 \left(V_0 - V_1\right)}{m_{sample}}\right)$$

 ω_{HCN} = Blausäure [mg/kg]

 V_1 = Volumen der für die Probe verwendeten Standardlösung Ammoniumthiocyanat [ml] V_0 = Volumen der für den Blindversuch verwendeten Standardlösung Ammoniumthiocyanat [ml]

m_{sample} = Gewicht der Probe [g]

Fazit

Durch immer strengere Verordnungen ist eine Blausäurebestimmung in Lebensmitteln wie Bittermandeln oder Aprikosenkernen, aber auch Marzipan und Persipan zwingend erforderlich. C. Gerhardt bietet hier eine arbeitssichere, reproduzierbare und schnelle Alternative zur manuellen Probenaufarbeitung die mit den einschlägigen Normen konform ist.

Für weitere Informationen oder andere Anwendungen wenden Sie sich bitte an:

application@gerhardt.de