

Wir begleiten
Ihre erfolgreiche
Getränkherstellung

SCHLISSMANN
SCHWÄBISCH HALL



Tel. 07 91 - 9 71 91-0 • Fax 9 71 91-25
C. Schliessmann Kellerei-Chemie GmbH & Co.KG
Auwiesenstr. 5 • D-74523 Schwäbisch Hall

Getränkeanalytik

CyanoQuant-Test (bisher "CYAN-EC")

Stand 09/2016

- Schnelltest zur Bestimmung der Gesamtblausäure (Gesamtcyanid) sowie der freien und gebundenen Blausäure in alkoholischen Destillaten und Bränden -

Seite 1/4

Technische Informationen und Gebrauchshinweise

Hintergrund:

Der **CyanoQuant-Test** erfasst quantitativ Blausäure bzw. Cyanide. Sie sind die wichtigste Vorstufe von Ethylcarbamat (EC) in alkoholischen Destillaten und Spirituosen aus Steinobst. Der Chemismus der Nachweisreaktion ähnelt dem des **Schliessmann-CYANID-Tests**, einem halbquantitativen Stäbchentest auf Cyanide.

Wichtig: Keiner dieser Tests erfasst EC!

Details zur Bildung, Vermeidung und Entfernung von EC in Steinobstdestillaten finden Sie in unseren Infoblättern „**Amygdalin–Blausäure–Cyanid-Ethylcarbamat**“, „**CYANUREX**“ sowie „**CYANUREX-Verfahren...**“.

Möglichkeiten des CyanoQuant-Tests:

Die Bestimmung der freien Blausäure ergibt in *frisch hergestellten oder maximal 24 Stunden* alten Destillaten aussagekräftige Ergebnisse. Hier liegt die Blausäure nämlich nur in freier Form vor, so dass auf die Bestimmung der Gesamtblausäure verzichtet werden kann.

Ältere Destillate dagegen, in denen Blausäure mindestens zum Teil bereits in gebundener Form vorliegt, sollten genauso wie auch Destillate unbekannter Herkunft immer auf ihren Gehalt an Gesamt-, also freier und gebundener Blausäure untersucht werden, um eine mögliche spätere EC-Bildung aus diesem Cyanid quantifizieren zu können. Allerdings kann in solchen Destillaten auch bereits ein Teil des Gesamtcyanids in EC umgewandelt worden sein. Da dies mit dem **CyanoQuant-Test** nicht erfasst wird, beschränkt sich die Aussagekraft der gefundenen Ergebnisse für Gesamtcyanid darauf, über blausäurebindende Maßnahmen bei einer Reinigungsdestillation solcher Destillate entscheiden zu können.

Die Verkehrsfähigkeit älterer oder zugekaufter Destillate kann dagegen nur nach einer EC-Messung im Fachlabor beurteilt werden.

Arbeitsmittel und Arbeitsplatz:

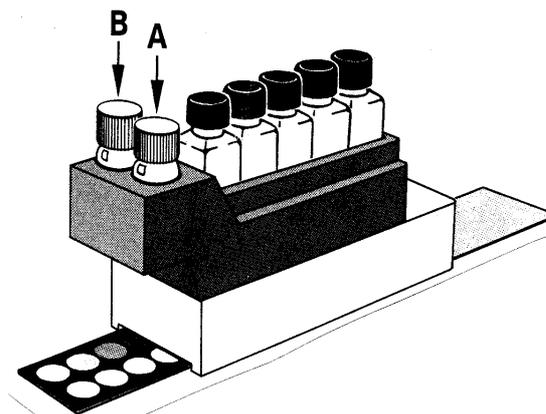
Der **komplette CyanoQuant-Test** (Art.-Nr. 2061) besteht aus der Grundausrüstung und dem Zubehör.

Lieferumfang **Grundausrüstung** (Art.-Nr. 2063):

- Kunststoffdose mit Messblock mit Reagenzien CN-1 bis CN-5 für ca. 200 Messungen, 2 Messgläsern A + B und Farbkarte zur Auswertung

Lieferumfang **Zubehör** (Art.-Nr. 2065):

- 100 ml-Mischzylinder mit Stopfen zur Herstellung von Verdünnungen der Destillatprobe
- 500 ml-Spritzflasche für destilliertes Wasser
- 10 ml-Messpipette mit Pipettierhilfe Pi-Pump 2500 zur Herstellung von Verdünnungen
- 5 ml-Messpipette
- Indikatorstäbchen pH 2 - 9 zur Kontrolle des pH-Wertes bei der Messung des gebundenen Cyanids



Allgemeine Hinweise:

Die zu untersuchende Destillatprobe muss eine nach homogener Durchmischung gezogene Durchschnittsprobe der gesamten Destillatmenge sein. Die Temperatur der Probe und der Reagenzien sollte möglichst bei 18-22°C liegen. Leichte Trübungen der Destillate bzw. deren Verdünnungen beeinflussen das Messergebnis nicht.

Es empfiehlt sich, alle Probenbezeichnungen, Verdünnungen und Messwerte zu protokollieren. Benutzte Arbeitsmittel sollten nach jeder Bestimmung gründlich mit Wasser gespült und getrocknet werden.

Vorbereitung des Messblocks (Formteil aus Styropor):

- Kunststoffkasten öffnen und das Unterteil mit dem Messblock so auf den Tisch stellen, dass die Messgläser links sind, und zwar Messglas A dem Prüfer zugewandt vorne, Messglas B hinten.
- Messblock im Kunststoffkasten bis zum Anschlag nach links schieben, so dass der überstehende Teil des Messblocks mit den beiden Messgläsern über den Kasten hinausragt.
- Die aus dem Kasten entnommene Farbkarte aufklappen und mit den Farbpunkten voran in den Schlitz an der rechten Unterkante des Kastens ein- und so weit durchschieben, dass sich die Farbskala der Karte unter den Messgläsern befindet (vgl. Abbildung auf Seite 1). Die Farbkarte kann nun beim späteren „**Farbabgleich und Auswertung**“ unter dem Messblock beliebig hin- und hergeschoben werden.

Herstellung einer Verdünnung der Destillatprobe („Destillat-Verdünnung“):

Der Alkoholgehalt der Untersuchungsprobe sollte unter 20 %vol Alkohol liegen (in der Regel Verdünnung 1:5 erforderlich). Cyanidkonzentrationen von mehr als 3mg/L Destillat erfordern eine weitere Verdünnung.

Beispiel für eine 1:10-Verdünnung (10 ml Destillat + 90 ml Wasser):

- Mit sauberer, mit Destillat vorgespülter 10 ml-Messpipette 10 ml Destillat langsam blasenfrei aufziehen, in den 100 ml-Mischzylinder auslaufen lassen, diesen mit destilliertes Wasser auf die 100 ml-Marke auffüllen und gut durchmischen.
- Messpipette mit destilliertes Wasser spülen.

Falls bei der folgenden Messung der 1:10-Verdünnung des Destillates kein Farbabgleich möglich ist, muss eine weitere Verdünnung des Destillates hergestellt und gemessen werden.

Bestimmung der freien Blausäure (maximal 24 Stunden nach der Destillation):

- Mit der 5 ml-Messpipette jeweils 5 ml der Destillat-Verdünnung in die Messgläser A und B füllen.

Die nun folgenden Reagenzien werden nur in das vordere, dem Prüfer zugewandte Messglas A gegeben, und zwar in der nachfolgend beschriebenen Reihenfolge und Menge:

- Reagenz CN-1:
Den grünen Microlöffel im Schraubverschluss des Reagenzes CN-1 gestrichen füllen und in das Messglas A schütten; dabei ist darauf zu achten, dass der Löffel trocken bleibt und nicht in die Probenflüssigkeit eintaucht!
- Messglas A gut verschließen und anschließend ca. 10 Sekunden schütteln, bis das Reagenz weitgehend gelöst ist. Kleine ungelöste Partikel sind ohne Bedeutung.
- Reagenz CN-2:
Wie zuvor einen gestrichenen Microlöffel des Reagenzes CN-2 in das Messglas A gegeben und ebenfalls durch Schütteln weitgehend lösen.
- Reagenz CN-3:
3 Tropfen Reagenz CN-3 in das Messglas A geben, das Gläschen verschließen und schütteln.
- **Reaktionszeit von 5 Minuten** bei geschlossenem Deckel einhalten (Kurzzeitwecker).
- Messpipette gründlich mit destilliertes Wasser spülen.
- Nach frühestens 5, spätestens 15 Minuten Farbabgleich entsprechend der Beschreibung auf Seite 3 („**Farbabgleich und Auswertung**“) durchführen.

Bestimmung der Gesamtblausäure (später als 24 Stunden nach der Destillation):

- Mit der 5 ml-Messpipette jeweils 5 ml der Destillat-Verdünnung in die Messgläser A und B füllen. Die nun folgenden Reagenzien werden nur in das vordere, dem Prüfer zugewandte Messglas A gegeben, und zwar in der nachfolgend beschriebenen Reihenfolge und Menge:
- Reagenz CN-4:
2 Tropfen CN-4 in das Messglas A geben, Messglas fest verschließen und 15 Sekunden schütteln. Danach mindestens **5 Minuten Reaktionszeit** abwarten (Kurzzeitwecker).
- Reagenz CN-5:
3 Tropfen CN-5 in das Messglas A geben, Messglas verschließen, 15 Sekunden schütteln und den Ansatz mit pH-Indikatorstäbchen auf pH 4 - 5 prüfen; erforderlichenfalls einen weiteren Tropfen des Reagenzes CN-5 zugeben.
- Zusatz der Reagenzien CN-1, CN-2 und CN-3 in das Messglas A und weiteres Verfahren so, wie unter „**Bestimmung der freien Blausäure**“ beschrieben.

Farbgleich und Auswertung mit der Farbkarte:

Die Auswertung einer Messung besteht in einem Farbgleich bei hellem Tageslicht, jedoch nicht direkten Sonneneinstrahlung, wie folgt:

- Bei Draufsicht auf die beiden geöffneten Testgläser verschiebt man die Farbkarte so, dass die Farbtöne der durch die Gläser sichtbaren Farbpunkte weitgehend identisch sind.
- Messwert auf der Farbkarte im Kunststoffkasten an der rechten Unterkante des Messblocks in mg Cyanid/L Destillat-Verdünnung (!) ablesen.
- Falls keine eindeutige Farbübereinstimmung möglich ist, wird das Ergebnis als Konzentrationsbereich (z.B. 0,2-0,3 oder kleiner 0,06) abgelesen.
- Falls der Ansatz im Messglas A dem dunkelsten Farbton der Farbkarte entspricht oder noch intensiver gefärbt ist, enthält die Destillat-Verdünnung mehr als 0,7mg Cyanid pro Liter. Für ein genaueres Ergebnis muss die Bestimmung dann mit einer weiteren Verdünnung wiederholt werden.
- Aus der Tabelle auf Seite 4 nun für den abgelesenen Messwert und die Verdünnungsstufe der Destillatprobe die tatsächliche Cyanidkonzentration des unverdünnten Destillats entnehmen.

Berechnung der Konzentration der gebundenen Blausäure:

Die Konzentration der gebundenen Blausäure berechnet sich aus der Differenz der Gehalte von Gesamtblausäure und freier Blausäure.

Umrechnung der Blausäuregehalte für das auf Trinkstärke eingestellte Destillat:

Entsprechend dem mit dem Alkoholometer ermittelten Alkoholgehalt des unverdünnten Destillates und der gewünschten Trinkstärke errechnet sich der Blausäuregehalt der konsumfähigen Spirituose nach der Formel:

$$\frac{\% \text{ vol gewünschte Trinkstärke}}{\% \text{ vol unverdünntes Destillat}} \times \text{Blausäuregehalt (unverdünntes Destillat)}$$

Dieser Rechenweg gilt sowohl für freie als auch für Gesamtblausäure.

Berechnungsbeispiel einer Blausäurebestimmung:

Alkoholgehalt des Destillats:	70 % vol
Destillatverdünnungsstufe:	1:10
Messwert für freie Blausäure auf der Farbkarte:	0,2 mg/l
Konzentration an freier Blausäure im Destillat:	2,0 mg/l
Messwert für Gesamtblausäure auf der Farbkarte:	0,4 mg/l
Konzentration an Gesamtblausäure im Destillat:	4,0 mg/l
Konzentration an gebundener Blausäure (4 mg/l - 2 mg/l):	2,0 mg/l

Gesamtblausäuregehalt in konsumfähigem Destillat mit 40 % vol: $40 / 70 \times 4,0 \text{ mg/l} = 2,3 \text{ mg/l}$

Wichtiger Hinweis:

Diese Beispiel-Spirituose unterschreitet zwar den gesetzlichen Grenzwert für Blausäure. Da sich diese im Verlauf der anschließenden Lagerung aber in bis zu etwa 2mg Ethylcarbamit (EC) pro Liter umwandeln wird, verliert die Spirituose in dieser Zeit ihre Verkehrsfähigkeit.

Der Grenzwert für EC liegt bei 1mg/l Spirituose. Aus diesem Grund sind nur solche Steinobstbrände dauerhaft verkehrsfähig, die zum Zeitpunkt der Untersuchung kein EC und maximal 1mg Gesamtcyanid pro Liter enthalten.

Tabelle zur Umrechnung der Gehalte an freier und Gesamtblausäure unter Berücksichtigung der gewählten Destillatverdünnung:

Die tatsächliche Konzentration (mg/l Destillat) ergibt sich aus dem durch Farbgleich ermittelten Messwert auf der Farb-Messwertskala und der jeweils untersuchten Destillatverdünnung.

Verdünnungsstufe	Messwert (Ablesung der Farbkarte nach Farbgleich) [mg/l]							
	0,06	0,1	0,15	0,2	0,3	0,4	0,5	0,7
1:5 20 ml Destillat + 80 ml Wasser	0,3	0,5	0,75	1,0	1,5	2,0	2,5	3,5
1:10 10 ml Destillat + 90 ml Wasser	0,6	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0	7,0
1:20 5 ml Destillat + 95 ml Wasser	1,2	2,0	3,0	4,0	6,0	8,0	10,0	14,0
1:50 2 ml Destillat + 98 ml Wasser	3,0	5,0	7,5	10,0	15,0	20,0	25,0	35,0
1:100 1 ml Destillat + 99 ml Wasser	6,0	10,0	15,0	20,0	30,0	40,0	50,0	70,0

Skizze der Farbkarte mit Messwert-Skala: