

Application Bulletin

Von Interesse für: Teigwarenproduktion, Lebensmittel

A F 7

Titrimetrische Methoden für die chemische Untersuchung von Teigwaren

Zusammenfassung

Die Qualität von Eierteigwaren wird im Wesentlichen durch deren Eigehalt bestimmt. Daneben sind jedoch auch der Wassergehalt, der die Haltbarkeit des Produkts beeinflusst, sowie der Säuregrad, der bei erhöhtem Wert eine unerwünschte Säuerung während der Teigzubereitung oder beim Trocknen erkennen lässt, von Bedeutung. Mit der Prüfung auf Chlorid lassen sich etwaige Kochsalzzusätze feststellen.

Probenvorbereitung

Die Probe wird in einer Labormühle (wenn möglich unter Kühlung) fein zermahlen. Dabei muss insbesondere für die Bestimmung des Wassergehalts sichergestellt werden, dass sich die Probe nicht zu stark erwärmt, da es sonst zu Wasserverlusten kommen kann.

1. Bestimmung des Wassergehalts

Geräte und Zubehör

- KF-Titrino 701, KFS-Titrino 720, KFD-Titrino 758 oder KFP-Titrino 784
- Titrierstand 703
- Wechseleinheit 6.3014.223
- Titriergefäß 6.1418.220 mit Thermostatmantel
- Eventuell Drucker mit Druckerkabel
- Laborthermostat

Reagenzien

- Titriermittel: z.B. Hydranal Composite 5 (Riedel-de Haën) oder ein anderes geeignetes Karl-Fischer-Reagenz
- Lösungsmittelgemisch: Methanol : Formamid = 2 : 1 (Volumenverhältnis)

Analyse

Im Titriergefäß werden 30 mL Lösungsmittelgemisch vorgelegt, auf 50 °C erhitzt und trockentitriert (Konditionierung). Dann gibt man mit dem Wägelöffel ca. 0,5 g fein gemahlene Probe zu und titriert den Wassergehalt ebenfalls bei 50 °C. Nach jeder Bestimmung wird das Lösungsmittelgemisch ausgewechselt.

Bemerkungen

- Der Zusatz von Formamid und das Arbeiten bei 50 °C beschleunigen die Extraktion des Wassers aus der pulverförmigen Probe. Damit wird die Analysenzeit erheblich verkürzt.
- Die Wassergehaltsbestimmung im Trockenschrank bei 130 °C ergibt zu hohe Werte, da beim Trocknen organische Inhaltsstoffe zerstört werden (starke Bräunung der Probe).
- Der Wassergehalt soll nicht wesentlich mehr als 12% betragen, da sonst die Haltbarkeit der Teigwaren nicht mehr gewährleistet ist (werden muffig und schimmelig).

2. Bestimmung des Säuregrads**Geräte und Zubehör**

- SET/MET-Titrino 702, DMS-Titrino 716, GP-Titrino 736, GPD-Titrino 751 oder DMP-Titrino 785
- Magnetrührer 2.728.0040
- Wechseleinheit 6.3014.223
- Kombinierte LL-pH-Glaselektrode 6.0222.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020

Reagenzien

- Titriermittel: $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$
- Calciumchlorid-Lösung:
149 g $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ werden in 100 mL dest. Wasser gelöst und der pH-Wert mit NaOH auf 8,3 eingestellt.

Analyse

10 g fein gemahlene Probe werden mit 20 mL dest. Wasser während 3 min in einer Porzellanschale verrieben. Dann spült man die Mischung mit 80 mL heissem dest. Wasser in ein Becherglas und kühlt sofort auf Raumtemperatur ab. Nach Zusatz von 1 mL CaCl_2 -Lösung wird im SET-Modus mit $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ auf pH = 8,3 titriert.

Berechnung

Bei einer Probeneinwaage von genau 10 g entspricht 1 mL $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ 1 Säuregrad. Das Resultat wird mit einer Dezimalstelle angegeben.

Säuregrad = EP1 (in mL)

Bemerkungen

- CaCl_2 wird zugesetzt, um enthaltene Phosphate zu binden.
- Für Eierteigwaren sind Säuregrade bis 8 als normale Werte anzusehen. Höhere Säuregrade weisen auf alte Ware oder unerwünschte Säuerung während der Teigzubereitung oder beim Trocknen hin.

3. Bestimmung des Natriumchloridgehalts**Geräte und Zubehör**

- SET/MET-Titrino 702, DMS-Titrino 716, GP-Titrino 736, GPD-Titrino 751 oder DMP-Titrino 785
- Magnetrührer 2.728.0040
- Wechseleinheit 6.3014.223
- Ag-Titrode 6.0430.100 mit Ag_2S -Überzug

Reagenzien

- Titriermittel: $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$
- Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/L}$

Analyse

10 g fein gemahlene Probe werden mit 400 mL dest. Wasser während 30 min geschüttelt und dann mit dest. Wasser auf 500 mL aufgefüllt. Anschliessend filtriert man durch ein chloridfreies Papierfilter. 100 mL Filtrat (entsprechend 2 g Originalprobe) werden mit 5 mL $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/L}$ versetzt und mit $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$ titriert.

Berechnung

1 mL $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$ entspricht 5,8443 mg NaCl

$$\% \text{ NaCl} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C02} / \text{C00}$$

EP1 = Titriermittelverbrauch in mL

C00 = 2 (eingesetzte Probenmasse in g Originalprobe)

C01 = 5,8443

C02 = 0,1 (Umrechnungsfaktor für %)

Bemerkungen

- In ungesalzenen Teigwaren findet man Werte von ca. 0,1% NaCl.
- Werte über 0,3% NaCl weisen auf Kochsalzzusätze hin.

Abbildungen

```
'pa
758 KFD Titrimo      01108   758.0020
user                Appl Lab
date 2000-01-12      time 17:18      9
KFT Ipol            AB69 1
parameters
>control parameters
  EP at U            250 mV
  dynamics            100 mV
  max.rate            max. ml/min
  min.volume incr.    min. ul
  stop crit:          drift
  stop drift          20 ul/min
>titration parameters
  pause 1             0 s
  start V:            OFF
  pause 2             0 s
  extr.time           0 s
  temperature          25.0 °C
  time interval       2 s
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              99.99 ml
  filling rate         max. ml/min
>statistics
  status:             OFF
>preselections
  display drift:      ON
  drift corr:         OFF
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      value
  limit smpl size:    OFF
  oven:               no
  activate pulse:     OFF
=====

'fm
758 KFD Titrimo      01108   758.0020
user                Appl Lab
date 2000-01-12      time 17:24      9
KFT Ipol            AB69 1
>calculations
w(H2O)=EP1*C01*C02/C03/C00;2;%
C00=                  0.2696
C01=                   5
C02=                  100
C03=                  1000
=====
```

Abb. 1: Parametereinstellungen und Berechnungsformel für die Bestimmung des Wassergehalts.

```
'pa
785 DMP Titrimo      01102   785.0011
user                th
date 2000-01-12      time 09:34      7
SET pH              AB69 2
parameters
>SET1
  EP at pH            8.30
  dynamics            2
  max.rate            10.0 ml/min
  min.rate            25.0 µl/min
  stop crit:          drift
  stop drift          20 µl/min
>SET2
  EP at pH            OFF
>titration parameters
  titr.direction:     auto
  pause 1             0 s
  start V:            OFF
  pause 2             0 s
  extr.time           0 s
  meas.input:         1
  temperature          19.8 °C
  time interval       2 s
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              99.99 ml
  filling rate         max. ml/min
>statistics
  status:             OFF
>preselections
  conditioning:       OFF
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      value
  limit smpl size:    OFF
  activate pulse:     OFF
=====

'fm
785 DMP Titrimo      01102   785.0011
user                th
date 2000-01-12      time 09:34      7
SET pH              AB69 2
>calculations
acidity=EP1*C01*C02/C00;1;
C00=                  10.0192
C01=                   0.1
C02=                  100
=====
```

Abb. 2: Parametereinstellungen und Berechnungsformel für die Bestimmung des Säuregrads.

```
'pa
785 DMP Titrimo      01102  785.0011
user                th
date 2000-01-10      time 16:12      3
DET U              AB69 3
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density      4
  min.incr.           10.0 µl
  dos.rate             max. ml/min
  signal drift        50 mV/min
  equilibr.time       26 s
  start V:            OFF
  pause               0 s
  meas.input:         1
  temperature         25.0 °C
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              6.5 ml
  stop U              OFF mV
  stop EP             9
  filling rate        max. ml/min
>statistics
  status:             OFF
>evaluation
  EPC                 5
  EP recognition:     greatest
  fix EP1 at U        OFF mV
  pK/HNP:             OFF
>preselections
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      OFF
  limit smpl size:    OFF
  activate pulse:     OFF
=====
```

```
'fm
785 DMP Titrimo      01102  785.0011
user                th
date 2000-01-10      time 16:12      3
DET U              AB69 3
>calculations
w(NaCl)=EP1*C01*C02*C03/C04/C00;2;%
C00=                2.0753
C01=                 0.1
C02=                58.45
C03=                 100
C04=                1000
=====
```

Abb. 3: Parametereinstellungen und Berechnungsformel für die Bestimmung des Natriumchloridgehalts.

```
'fr
785 DMP Titrimo      01102  785.0011
user                 th
date 2000-01-10      time 16:12      3
card label:785 Lab1
U(init)             145 mV DET U      AB69 3
smp1 size           2.0753 g
EP1                  2.363 ml          36 mV
w(NaCl)              0.67 %
stop V reached
=====
```

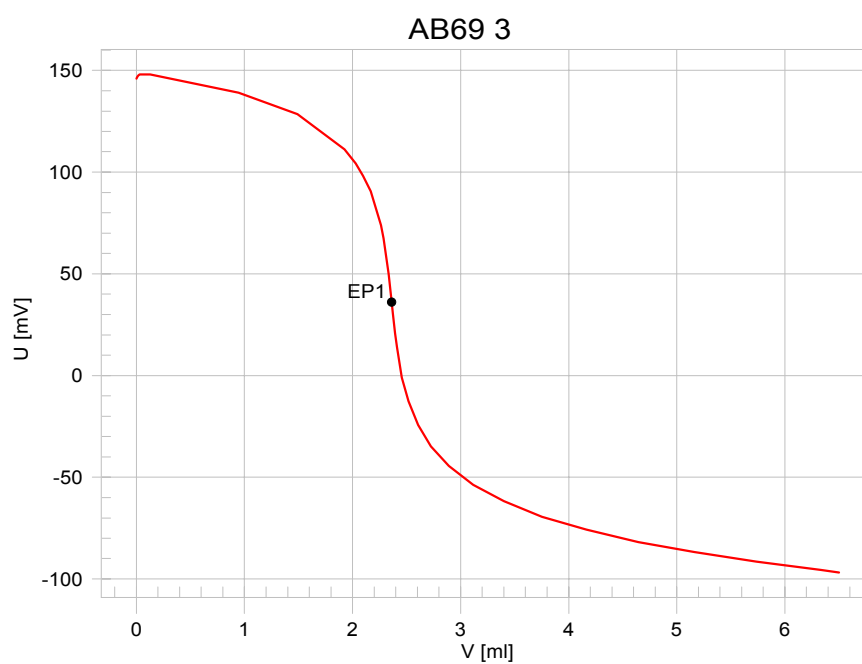


Abb. 4: Resultatblock und Titrationskurve für die Bestimmung von Natriumchlorid in Teigwaren.