



Application Note AN-T-133

Chlorid in Milch und Milchpulver

Vollautomatische Bestimmung nach ISO-, IDF- und AOAC-Standards

Für die Aufrechterhaltung der Produktqualität, muss der Natriumchloridgehalt in Milchprodukten überwacht werden und darf die von den jeweiligen Gesundheitsbehörden festgelegten Grenzwerte nicht überschreiten. Der Chloridgehalt in Lebensmitteln korreliert mit dem Salzgehalt, seine Bestimmung ist in verschiedenen Normen und Standards beschrieben. Die Vorbereitung der Proben ist jedoch zeitaufwendig, da sie eine Chloridextraktion mit warmem Wasser beinhaltet. Insbesondere Vollmilchpulver sind schwierig zu handhaben, da es

zu einer inhomogenen Verteilung des Fettes in der Titrationssuspension kommt.

Um den Arbeitsaufwand zu reduzieren, den Probendurchsatz zu erhöhen und die Matrixprobleme von Produkten mit hohem Fettgehalt zu beseitigen, stellt diese Application Note eine vollautomatische potentiometrische Titration von Chlorid mit Silbernitrat in Milch und Milchpulver vor, die auf ISO 21422, IDF 242, AOAC 2015.07, AOAC 2015.08 und AOAC 2016.03 basiert.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Methode wird für verschiedene Milchprodukte und Milchpulver demonstriert: Kleinkind- und Vollmilchpulver, Milch, ein gesalzenes Milchgetränk (z.

B. Ayran, Doogh) und ein Proteinshake. Alle Proben werden vor der Verwendung gut gemischt.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Diese Analyse wird mit einem automatischen System durchgeführt, das aus einem OMNIS Advanced Titrator und einem OMNIS Sample Robot S besteht, der mit einer dProfitrode und einer dAg-Titrode ausgestattet ist.

Einer angemessenen Menge der Probe wird warmes Wasser zugesetzt. Bei Proben mit hohem Fettgehalt wird zusätzlich etwas Isopropanol zugegeben. Der pH-Wert wird mit Salpetersäure auf unter pH 1,5 eingestellt. Die Probe wird mit standardisiertem Silbernitrat bis nach dem Äquivalenzpunkt titriert. Für die automatische Spülung von Elektroden und Büretten wird Isopropanol verwendet.



Abbildung 1. OMNIS Sample Robot S, OMNIS Dosing Module und OMNIS Advanced Titrator, ausgestattet mit dProfitrode und dAg-Titrode zur Bestimmung des Chloridgehalts.

ERGEBNISSE

Die Analyse zeigt akzeptable Ergebnisse und gut definierte Titrationskurven. Die Ergebnisse sind in

Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1. Chloridgehalt unterschiedlicher Milchprodukte und Milchpulver bestimmt mit einem automatisierten OMNIS System (n=6).

	Chloridgehalt in mg/100 g Probe	SD(rel) in %
Vollmilchpulver	832.9	0.2
Säuglingsnahrung auf Milchbasis	293.7	0.3
Gesalzenes Milchgetränk	411.8	0.2
Proteinshake	88.4	2.7
Biomilch	99.3	0.5

FAZIT

Die Titration ist eine präzise und zuverlässige Methode zur Bestimmung des Chloridgehalts in Milchprodukten nach verschiedenen internationalen Standards. Der Einsatz eines OMNIS-Probenroboters ermöglicht eine vollautomatische Bestimmung von bis zu vier Proben parallel, wodurch wertvolle Zeit des Bedieners eingespart und die Produktivität im Labor

gesteigert wird. Das OMNIS-System bietet die Möglichkeit, das System an Ihre Bedürfnisse anzupassen und es für andere erforderliche Titrationsanwendungen in Milchprodukten, wie z.B. den Ca/Mg-Gehalt oder den Säuregehalt, zu erweitern.

Interne Referenz: AW TI CH1-1264-112018

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



OMNIS Advanced Titrator ohne Rührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Rührer erweitert werden. Bei Bedarf kann der OMNIS Advanced Titrator über eine entsprechende Software-Funktionslizenz für parallele Titration aufgerüstet werden.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Erweiterbar mit Magnet- und/oder Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S mit einem Pumpenmodul "Peristaltik" (2-Kanal) und einem Pick&Place-Modul sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die voll automatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden.

Auf Wunsch kann das System mit noch zwei Peristaltikpumpen sowie einem weiteren Pick&Place-Modul ausgebaut werden und somit den Durchsatz verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann bereits dieser Sample Robot bis zu einem OMNIS Sample Robot der Grösse L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Pick&Place-Modulen parallel bearbeitet werden können und den Probendurchsatz vervierfachen.



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



dAg-Titrode

Digitale, kombinierte Silberringelektrode für OMNIS mit einer pH-Glasmembran als Referenzelektrode.

Diese wartungsfreie Elektrode eignet sich für Fällungstitrations bei konstant bleibendem pH-Wert (Titriermittel Silbernitrat) von z.B.

- Chlorid, Bromid, Iodid
- Sulfiden
- Schwefelwasserstoff
- Mercaptane
- Cyanide

Diese Elektrode wird in dest. Wasser aufbewahrt.

dTodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.



Profitrode (Länge 12.5 cm)

Kombinierte pH-Elektrode mit Double Junction System, Einbaulänge 11.3 cm. Diese Elektrode ist für pH-Messungen/Titrations von Proben geeignet,

- die das Referenzsystem des Sensors verschmutzen (z.B. Bäder, sulfidhaltige Proben)
- für die Kaliumchlorid $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ als Referenzelektrolyt nicht verwendet werden kann (z.B. Reaktion von Kalium oder Chlorid mit Probe)

Die Elektrode ist mit einem gegen Verschmutzung unempfindlichen flexiblen Schliffdiaphragma ausgestattet, das bei Bedarf ausgetauscht werden kann.

Bei Verwendung von $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ als Zwischenelektrolyt wird die Aufbewahrung in Aufbewahrungslösung empfohlen.

Der Zwischenelektrolyt kann gegen einen geeigneten Elektrolyt ausgetauscht werden (z.B. Kaliumnitrat $c(\text{KNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$ (6.2310.010)). Aufbewahrung in verwendetem Elektrolyt.

Die Profitrode ist unter folgenden Artikelnummern in weiteren Längen erhältlich:

- 6.0255.110: Länge 17.8 cm
- 6.0255.120: Länge 31.0 cm