

Bestimmung des Säuregrades von Milch und flüssigen Milchprodukten nach Soxhlet-Henkel

DIN
10316

ICS 67.100.10

Ersatz für
DIN 10316:1970-10

Acidity test of milk and liquid milk products —
according to Soxhlet-Henkel

Détermination de l'acidité du lait et des produits laitiers liquides —
selon Soxhlet-Henkel

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte, Arbeitsausschuss „Chemische und physikalische Milchuntersuchung“, erarbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN 10316:1970-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Das Verfahren wurde für H-Vollmilch und Trinkmolke validiert und um entsprechende Präzisionsdaten ergänzt.
- Zur Titration wurden Titrierautomaten als Alternative zum herkömmlichen Vorgehen aufgenommen.
- Die Norm wurde im Aufbau den gültigen Regeln für die Gestaltung von Normen angeglichen.

Frühere Ausgaben

DIN 10316: 1970-10

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt die Bestimmung des Säuregrades von Milch und flüssigen Milchprodukten nach Soxhlet-Henkel fest.

DIN EN ISO 707

Milch und Milchprodukte — Leitfaden zur Probenahme
(ISO 707:1997); Deutsche Fassung EN ISO 707:1997

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 12690

Laborgeräte aus Glas — Vollpipette mit einer Marke,
Klasse A und Klasse B

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff:

3.1

Säuregrad

das Volumen von 0,25 mol/l Natriumhydroxidlösung, angegeben in Milliliter, das sich für die Titration von 100 ml des Produktes auf einen Standardfarbton errechnet

ANMERKUNG 1: Für die Einheit des Säuregrades nach Soxhlet-Henkel (1 ml 0,25 mol/l NaOH) wird das Kurzzeichen SH verwendet.

ANMERKUNG 2: Der Säuregrad nach Soxhlet-Henkel ist ein Maß für die Gesamtacidität der Untersuchungssprobe ebenso wie die „titrierbare Säure“.

Fortsetzung Seite 2 und 3

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

4 Prinzip

Nach Zugabe von Phenolphthalein als Indikator wird die flüssige Probe mit 0,25 mol/l Natriumhydroxidlösung titriert.

5 Chemikalien

5.1 Allgemeines

Es sind analysenreine Chemikalien zu verwenden. Das verwendete Wasser muss destilliert oder mindestens von entsprechender Reinheit sein.

5.2 Natriumhydroxidlösung (Natronlauge), $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}^{1)}$, Maßlösung

5.3 Phenolphthaleinlösung

2 g Phenolphthalein werden mit Ethanol (96 % Volumenkonzentration) auf 100 ml aufgefüllt.

ANMERKUNG: An Stelle von reinem Ethanol kann auch mit Petroleumbenzin bzw. mit Methyläthylketon denaturiertes Ethanol verwendet werden.

5.4 Cobaltsulfatlösung

5 g Cobaltsulfat-Heptahydrat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) zur Analyse werden in entmineralisiertem Wasser gelöst und auf 100 ml aufgefüllt.

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Bei Verwendung der Messgeräte sind die eichrechtlichen Vorschriften zu beachten.

Übliche Laborgeräte sowie:

6.2 Bürette, mit 0,1-ml- oder 0,05-ml-Teilung oder Spezialbürette (SH-Bürette).

6.3 Vollpipetten nach DIN 12690, Nennvolumina 25 ml und 50 ml oder Abmessspritze für 25 ml.

6.4 Vollpipetten, Nennvolumina 2 ml, 1 ml und 0,5 ml.

6.5 Titrierautomat.

7 Probenahme

Nach DIN EN ISO 707.

Die Proben dürfen nur unter Kühllhaltung (z. B. in Eis verpackt) versandt werden. Sie dürfen nicht mit störenden Konservierungsmitteln, wie z. B. Dichromaten oder Formaldehydlösung, versetzt sein.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

Es ist eine Doppelbestimmung durchzuführen.

8.2 Vorbereitung der Probe

Die Probe ist vor der Untersuchung gut zu durchmischen und auf etwa 20 °C zu bringen.

8.3 Herstellung des Farbstandards

Der Farbstandard wird durch Zugabe von 1 ml Cobaltsulfatlösung zu 50 ml des jeweiligen Produkts hergestellt und ist nach 3 h zu erneuern.

8.4 Titration

50 ml der Probe werden mit 2 ml Phenolphthaleinlösung versetzt und unter ständigem Umschwenken mit 0,25 mol/l NaOH (zuletzt tropfenweise) auf den Farbton des Standards titriert. Die Dauer der Titration sollte 30 s nicht überschreiten.

Bei sauren Milchprodukten (über 20 SH) können auch 25 ml titriert werden. Als Farbstandard werden 25 ml des jeweiligen sauren Produkts mit 0,5 ml Cobaltsulfatlösung verwendet. Die Indikatormenge beträgt 1 ml.

Bei zähflüssigen Milchprodukten (Dickmilch, saurer Rahm usw.) ist die titrierte Probe nach dem Farbumschlag nochmals in der Vollpipette hochzuziehen. Die nach dem Abfließen unter Umständen entfärbte Probe ist erneut auf den Farbton des Standards zu titrieren. Diese Arbeitsweise entfällt bei Verwendung einer Abmessspritze.

Die Ablesung der verbrauchten Milliliter erfolgt auf 0,1 ml bzw. 0,05 ml; bei SH-Büretten auf 0,1 SH.

ANMERKUNG: Es können auch Titrierautomaten verwendet werden.

Im Fall einer elektrometrischen Bestimmung muss auf einen pH-Wert von $8,3 \pm 0,1$ titriert werden.

9 Auswertung

Der Säuregrad S wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$S = a \cdot \frac{100}{b}$$

Dabei ist:

S der Säuregrad, in SH;

a das Volumen der 0,25 mol/l Natriumhydroxidlösung, das für die Titration verwendet wurde, in Milliliter;

b das Volumen der Untersuchungsprobe, in Milliliter.

10 Präzision des Verfahrens

10.1 Allgemeines

Die Präzisionsdaten wurden unter Beteiligung von 15 Labors in einem nach DIN ISO 5725²⁾ durchgeführten Ringversuch an H-Vollmilch und Trinkmolke ermittelt.

10.2 Wiederholpräzision

Die Differenz zwischen zwei an identischem Untersuchungsmaterial durch einen einzigen Bearbeiter mit derselben Geräteausstattung innerhalb der kürzestmöglichen Zeitspanne gefundenen Ermittlungsergebnissen wird bei üblicher und korrekter Anwendung des Verfahrens die Wiederholgrenze (r) im Mittel nicht häufiger als einmal in 20 Fällen überschreiten. Für die Wiederholgrenze wurden die folgenden Werte ermittelt (Mittelwerte in Klammern):

H-Vollmilch $r = 0,2 \text{ SH}$ ($\bar{x} = 7 \text{ SH}$)

Trinkmolke $r = 0,3 \text{ SH}$ ($\bar{x} = 33 \text{ SH}$)

Falls die Wiederholgrenze überschritten wird, sollten beide Ergebnisse als zweifelhaft angesehen werden.

10.3 Vergleichpräzision

Durch zwei Labors mitgeteilte Ermittlungsergebnisse an identischem Untersuchungsmaterial werden sich bei übli-

¹⁾ c ist die Stoffmengenkonzentration.

²⁾ DIN ISO 5725:1988-04 (jetzt zurückgezogen) wurde zur Ermittlung der Präzisionsdaten verwendet.