

Bestimmung der Gesamtasche von Milch und
Milchprodukten**DIN**
10477

ICS 67.100.01

Determination of total ash content of milk and milk products
Détermination de la teneur en cendres totales dans le lait et les
produits laitiers

Vorwort

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

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Gesamtasche fest.

Diese Norm gilt für Milch und Milchprodukte, bei denen Glühverluste durch flüchtige Alkalisalze nicht oder nur in unwesentlichem Maße auftreten können.

ANMERKUNG: Die Veraschung ist meist notwendige Voraussetzung bei der Bestimmung einzelner anorganischer Bestandteile von Milch und Milchprodukten.

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 8120-1

Begriffe im Waagenbau — Teil 1: Gruppeneinteilung — Benennungen und Definitionen von Waagen

DIN EN ISO 707

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff:

3.1**Gesamtasche von Milch und Milchprodukten**

die nach dem in dieser Norm festgelegten Verfahren bestimmte Masse des mineralischen Rückstands, der nach Zerstörung der organischen Substanz durch kontrolliertes Verbrennen zurückbleibt, angegeben als Massenanteil in Prozent

ANMERKUNG: Die Gesamtasche von Milch beträgt üblicherweise 0,7 % bis 0,8 %. Bei Milch ein und desselben Tieres kann der Gesamtascheanteil innerhalb von 24 h um max. 0,05 % schwanken. Bei einem abweichenden Gesamtaschegehalt sollten zur Klärung der Ursache weitere Untersuchungen (z. B. auf Fremdwasser, Neutralisation) angestellt werden.

4 Prinzip

In der vorgetrockneten Probe werden die organischen Substanzen durch Erhitzen zerstört und der Rückstand bei 500 °C bis 550 °C geglüht.

Fortsetzung Seite 2 und 3

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

5 Chemikalien

5.1 Allgemeines

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

5.2 Essigsäure, $w(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 10\%^{1)}$

5.3 Wasserstoffperoxid, $w(\text{H}_2\text{O}_2) \approx 30\%^{1)}$

6 Geräte und Hilfsmittel

Übliche Laborgeräte sowie:

6.1 Veraschungsschalen aus Platin oder Quarz, Durchmesser etwa 60 mm, Höhe etwa 30 mm.

6.2 Wärmeschrank, geeignet, $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufrechtzuhalten.

6.3 Muffelofen, einstellbar auf $(525 \pm 25)^\circ\text{C}$.

6.4 Exsikkator, mit geeignetem Trocknungsmittel (z. B. Kieselgel).

6.5 Analysenwaage²⁾, zur Wägung auf 0,1 mg.

6.6 Tiegelzange, mit Platinspitze.

6.7 Wasserbad.

7 Probenahme

Nach DIN EN ISO 707.

8 Durchführung

8.1 Vorbereitung der Proben

Milch wird sorgfältig durchmischt. Milchprodukte werden nach ihrem Charakter in Anlehnung an bestehende Normen (z. B. DIN 10341 oder DIN 10468) vorbereitet.

8.2 Vorbereitung der Veraschungsschalen

Die Veraschungsschalen werden nach gründlicher Reinigung etwa 1 h im Muffelofen bei $(525 \pm 25)^\circ\text{C}$ geglüht. Nach dem Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur werden die Veraschungsschalen auf 0,1 mg gewogen (m_0).

8.3 Bestimmung

ANMERKUNG: Es ist auch möglich, die Proben bei 102°C vorzutrocknen, anschließend den Muffelofen langsam auf 525°C vorzuheizen und die Proben bis 14 h über Nacht darin zu belassen.

8.3.1 Untersuchung von Milch und flüssigen Milchprodukten

In eine nach 8.2 vorbereitete Veraschungsschale werden etwa 25 g Milch auf 0,1 mg eingewogen (m_1), mit einigen Tropfen Essigsäure (5.2) versetzt (um die Bildung eines Milchhäutchens zu verhindern) und auf dem Wasserbad (oder im Wärmeschrank bei etwa 102°C) zur Trockne eingedampft. Nach dem Abdampfen wird die Probe im Wärmeschrank vorgetrocknet. Anschließend wird der Trockenrückstand zunächst vorsichtig vorverascht. Dabei ist sicherzustellen, dass keine Probenverluste durch Herauspritzen aus der Veraschungsschale auftreten oder

die Probe zu brennen beginnt. Sollte sich die Probe doch entzünden, ist die Flamme durch Abdecken mit einem Uhrglas oder einem Platindeckel sofort zu ersticken. Die Veraschungsschale darf beim Vorveraschen nicht zum Glühen kommen. Nach dem Vorveraschen wird im Muffelofen bei $(525 \pm 25)^\circ\text{C}$ 2 h geglüht.

Wird die Asche dabei nicht zumindest grau-weiß, ist diese mit H_2O_2 (5.3) zu befeuchten, und noch vorhandene verkohlte Anteile sind mit einem abgeplatteten Glasstab zu verreiben.

Nach Abspülen des Glasstabes wird getrocknet, erneut geglüht und nach dem Abkühlen im Exsikkator gewogen (m_2). Das Glühen wird wiederholt, bis die Gewichtsabnahme zwischen zwei Wägungen nicht mehr als 1 mg beträgt.

8.3.2 Untersuchung von getrockneten Milchprodukten und Käse

In eine nach 8.2 vorbereitete Veraschungsschale werden etwa 2,5 g der Probe (Milchpulver, Käse usw.) auf 0,1 mg eingewogen (m_1), im Wärmeschrank bei etwa 102°C getrocknet und anschließend wie bei Milch beschrieben (siehe 8.3.1) vorverascht und geglüht.

9 Auswertung

9.1 Berechnung

Die Gesamtasche der Probe w_{GA} , angegeben als Massenanteil in Prozent, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$w_{\text{GA}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \cdot 100$$

Dabei ist:

m_0 die Masse der Veraschungsschale, in Gramm;

m_1 die Masse der Veraschungsschale einschließlich der Einwaage der Probe, in Gramm;

m_2 die Masse der Veraschungsschale einschließlich des Veraschungsrückstands aus der Bestimmung nach 8.3, in Gramm.

Das Ergebnis ist auf zwei Stellen nach dem Komma anzugeben.

ANMERKUNG: Der Gesamtascheanteil entspricht nicht der Salzzusammensetzung der Milch, da beim Veraschen der Milch u. a. die organischen Salze zerstört werden und in Oxide oder Carbonate übergehen. Umgekehrt erscheinen Phosphor und Schwefel der Proteine und Phosphatide als Phosphat und Sulfat in der Asche.

9.2 Präzision des Verfahrens

9.2.1 Allgemeines

Die Präzisionsdaten wurden in einem nach DIN ISO 5725³⁾ durchgeführten Ringversuch an H-Vollmilch, Vollmilchpulver, Molkenpulver und Schmelzkäse ermittelt.

9.2.2 Wiederholpräzision

Die Differenz zwischen zwei an identischem Untersuchungsmaterial durch einen einzigen Bearbeiter mit derselben Geräteausstattung innerhalb einer kürzestmöglichen Zeitspanne gefundenen Untersuchungsergebnissen darf bei üblicher und korrekter Anwendung des Verfahrens

¹⁾ w ist der Massenanteil.

²⁾ Begriff siehe DIN 8120-1.

³⁾ DIN ISO 5725:1988 (jetzt zurückgezogen) wurde zur Ermittlung der Präzisionsdaten verwendet.