

DIN ISO 21422



ICS 67.100.10

**Milch, Milcherzeugnisse, Säuglingsnahrung und
Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene –
Bestimmung des Chloridgehaltes –
Potentiometrisches Titrationsverfahren (ISO 21422:2018, korrigierte
Fassung 2021-03)**

Milk, milk products, infant formula and adult nutritionals –
Determination of chloride –
Potentiometric titration method (ISO 21422:2018, Corrected version 2021-03)

Lait, produits laitiers, formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes –
Détermination de la teneur en chlorures –
Méthode par titrage potentiométrique (ISO 21422:2018, Version corrigée 2021-03)

Gesamtumfang 25 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	5
Vorwort	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	8
5 Reagenzien	8
6 Herstellung von Lösungen	9
7 Geräte	10
8 Probenvorbereitung	11
8.1 Pulver, bei Milch, Milcherzeugnissen und Säuglingsnahrung	11
8.2 Käse, bei Hart- und Rindenkäse	11
8.3 Butter	11
9 Extraktion	11
9.1 Käse	11
9.2 Butter	11
9.3 Milch, Milcherzeugnisse, Säuglingsnahrung und Nahrungsergänzungsmittel für Erwachsene	12
9.4 Durchführung	12
10 Betriebsbedingungen der Instrumente	12
10.1 Überprüfung und Instandhaltung der kombinierten Silberelektrode	12
10.2 Titration	12
10.3 Bestimmung sehr geringer Chloridmengen	13
10.4 Blindversuch	13
11 Systemeignungstest	13
12 Berechnung	13
13 Präzision	14
13.1 Allgemeines	14
13.2 Wiederholpräzision	15
13.3 Vergleichpräzision	16
14 Untersuchungsbericht	17
Anhang A (informativ) Beispiele für die Bestimmung des Titrationsendpunkts	18
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	20
Anhang C (informativ) Vergleich der Ergebnisse zwischen Probenextraktion mit und ohne zusätzliche Proteinfällung	23
Literaturhinweise	25

Bilder

Bild A.1 — Automatische Erkennung des Titrationsendpunkts unter Anwendung des dynamischen Titrationsmodus (DET U) von Methohm Titrand 905	18
Bild A.2 — Beispiel einer Titrationskurve des automatischen Titriergeräts von Mettler	19
Bild C.1 — Vergleichswerte bei Chlorid mit und ohne zusätzliche Fällung	23

Tabellen

Tabelle 1 — Wiederholgrenzen für Chlorid 15

Tabelle 2 — Vergleichgrenzen für Chlorid 16

Tabelle B.1 — Präzisionsdaten für Chlorid 21

Tabelle C.1 — z-Wert-Daten für Chlorid 24

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 21422:2018, korrigierte Fassung 2021-03, die vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-13 AA „Milch und Milchzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Bitte im Titel von „Bild A.1 — Automatische Erkennung des Titrationsendpunkts unter Anwendung des dynamischen Titrationsmodus (DET U) von Methohm Titrand 905“ Folgendes beachten: Die korrekte Bezeichnung des Titriergerätes ist „Metrohm Titrand 905“, wie auch in 7.9 korrekt bezeichnet.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 1042:1998	siehe	DIN EN ISO 1042:1999-08
ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-12
ISO 5943 IDF 88	siehe	DIN EN ISO 5943

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1042:1999-08, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042:1998); Deutsche Fassung EN ISO 1042:1999*

DIN EN ISO 5943, *Käse und Schmelzkäse — Bestimmung des Chloridgehaltes — Potentiometrisches Titrationsverfahren*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Einzelheiten zu Patentrechten, die während der Erarbeitung des Dokumentes identifiziert werden, werden in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patentdeklarationen (siehe www.iso.org/patents) angegeben.

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products*, und von der International Dairy Federation (IDF) erarbeitet. Es wird gemeinsam von ISO und der IDF und separat von AOAC INTERNATIONAL veröffentlicht. Das in dieser Internationalen Norm beschriebene Verfahren entspricht der AOAC Official Method 2016.03: Chloride in Milk, Milk Products, Whey Powder, Infant Formula and Adult Nutritionals Potentiometric titration.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Diese korrigierte Fassung von ISO 21422|FIL 242:2018 enthält die folgenden Korrekturen:

- in 5.1 wurde der Satz zu „[...] weniger als 0,056 mS/cm (mehr als 18 MΩ) [...]“ geändert;
- in Abschnitt 12 wurde die Beschreibung von „ V_1 “ in Gleichung (1) und Gleichung (2) zu „ V_1 [...] Volumen von 0,1 mol/l oder 0,025 mol/l AgNO₃-Lösung [...]“ geändert.

IDF (International Dairy Federation) ist eine private, gemeinnützige Organisation, welche auf globaler Ebene die Interessen verschiedener interessierter Parteien der Milchwirtschaft vertritt. Die Mitglieder der IDF sind in nationalen Komitees organisiert, bei denen es sich um nationale Vereinigungen von Vertretern der in der Milchwirtschaft tätigen nationalen Interessensgruppen, einschließlich Milchbauern, der milchverarbeitenden Industrie, Lieferanten von Molkereierzeugnissen, Wissenschaftler und Regierungsstellen sowie Lebensmittelüberwachungsbehörden, handelt.

ISO und IDF arbeiten in allen Belangen der Normung von Probenahme- und Analyseverfahren für Milch und Milcherzeugnisse eng zusammen. Seit 2001 veröffentlichen ISO und IDF ihre Internationalen Normen gemeinsam. Dabei verwenden sie die Logos und Verweisungsnummern beider Organisationen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. IDF ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten, finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patentdeklarationen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Dieses Dokument wurde von dem IDF *Standing Committee on Analytical Methods for Composition* und dem Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products*, erarbeitet. Es wird von ISO und IDF gemeinsam veröffentlicht.

Die Arbeiten wurden von der ISO/IDF Project Group C39 des *Standing Committee on Analytical Methods for Composition* unter Federführung seines Projektleiters, Herrn E. Konings (CH), durchgeführt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Chloridgehaltes in Milch, Milcherzeugnissen, Säuglingsnahrung und Nahrungsergänzungsmitteln für Erwachsene durch Potentiometrie [1] [2] [3] [4] mit einem analytischen Bereich von 0,35 mg Chlorid/100 g bis 711,6 mg Chlorid/100 g Erzeugnis, oder in Fertignahrung, fest.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Chlorid wird aus Proben durch Mischen mit warmem Wasser oder direkt aus Fertignahrung (RTF, en: ready-to-feed) extrahiert. Nach dem (optionalen) Ausfällen der Proteine werden Chlorid-Ionen mit einer standardisierten AgNO_3 -Lösung potentiometrisch titriert. Für die Bestimmung des Endpunktes wird eine Silberelektrode angewendet.

5 Reagenzien

5.1 Wasser, gereinigt, weniger als 0,056 mS/cm (mehr als 18 M Ω) (EMD Millipore¹ Corp., Billerica, MA, USA, oder gleichwertig).

5.2 Natriumchlorid (NaCl), Reinheit $\geq 99,5$ %, zertifiziertes Referenzmaterial für die Titrimetrie, Sigma Aldrich # 71387¹ oder gleichwertig.

5.3 Silbernitrat (AgNO_3), das den analytischen Spezifikationen des Europäischen Arzneibuchs (Ph. Eur), Britischen Arzneibuchs (BP, en: British Pharmacopoeia), Amerikanischen Arzneibuchs (USP, en: United States Pharmacopeia) entspricht, Prüfung 99,8 % bis 100,5 %, Sigma Aldrich 10220¹ oder gleichwertig.

5.4 Kaliumhexacyanoferrat(II)-trihydrat ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), reinst, p.a., American Chemical Society (ACS) Reagenz, reag. ISO, reag. Ph. Eur., ≥ 99 %, Sigma Aldrich # 31524¹, oder gleichwertig.

5.5 Zinkacetat-Dihydrat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), ACS Reagenz, reinst, p.a., $\geq 99,0$ %, Sigma Aldrich # 96459¹ oder gleichwertig.

5.6 Salpetersäure (HNO_3), mindestens 65 % p.a., MERCK # 100452¹ oder gleichwertig.

1 Dies ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO oder IDF. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.