

Bestimmung von Chlorid in Lebensmitteln nach ISO 5943

Beschreibung

Die Bestimmung des Chlorid Gehaltes von Lebensmitteln erfolgt durch Titration mit Silbernitrat-Lösung 0.1 mol/l.

Diese Bestimmung ist nicht immer einfach, da zunächst das Chlorid aus der Probe freigesetzt werden muss. Die Probenvorbereitung ist bei Proben wie Käse, Butter oder ähnlichen Produkten sehr wichtig, damit das gesamte Chlorid erfasst wird. Die Norm ISO 5943 fordert zum Lösen der Probe ein Erwärmen auf 55°C. Es hat sich aber herausgestellt, dass für schwierige Proben ein Erhitzen bis zum Siedepunkt bessere Ergebnisse liefert. Die Berechnung erfolgt als % Chlorid oder % NaCl.

Geräte

Titration	TL 5000 oder höher
Elektrode	AgCl 62 oder AgCl 62 RG
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Becherglas 150 ml
	Magnetrührstab 30 mm
	Homogenisator PT1200

Reagenzien

1	Silbernitratlösung 0.1 mol/l
2	Salpetersäure 4 mol/l
3	Polyvinylalkohol – Lösung 0.5%
4	Elektrolytlösung L2114 (KNO ₃ 2 mol/l + KCl 0.001 mol/l)
5	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

Die Titerbestimmung der AgNO_3 - Lösung erfolgt wie in der Applikationsschrift „Titerbestimmung von AgNO_3 “ beschrieben.

Polyvinylalkohol – Lösung 0.5%

0.5 g Polyvinylalkohol werden in 100 ml destilliertem Wasser gelöst.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit destilliertem Wasser gereinigt. Für die Lagerung eignet sich die Elektrolytlösung L2114.

Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein 150 ml Becherglas eingewogen und mit etwa 80 ml destilliertem Wasser aufgefüllt.

Die Mischung wird unter starkem Rühren bis zum Sieden erhitzt. Gegebenenfalls kann zum besseren Zerkleinern der Probe auch der Homogenisator PT1200 verwendet werden. Nach 10 min. wird die Probe auf Raumtemperatur abkühlen lassen und 0.5 ml 4 mol/l HNO_3 zugegeben. Nach dem Abkühlen wird mit AgNO_3 – Lösung 0.1 mol/l auf einen Äquivalenzpunkt titriert. Um Ablagerungen von AgCl auf der Elektrode zu verhindern, können 0.5 – 1 ml der Polyvinylalkohollösung zugegeben werden. Der Verbrauch sollte bei etwa 5 – 15 ml liegen.

Die Titration kann mit Proben mit Chloridgehalten von wenigen ppm - 100% durchgeführt werden, die Probenmenge muss allerdings angepasst werden.

Chloridgehalt [%]	Einwaage [g]
< 0.1	> 10
0.1 – 1	1 – 10
1 – 10	0.1 – 2.0
10 – 50	0.05 – 0.1
50 - 100	0.05

Überprüfung der Silberelektrode

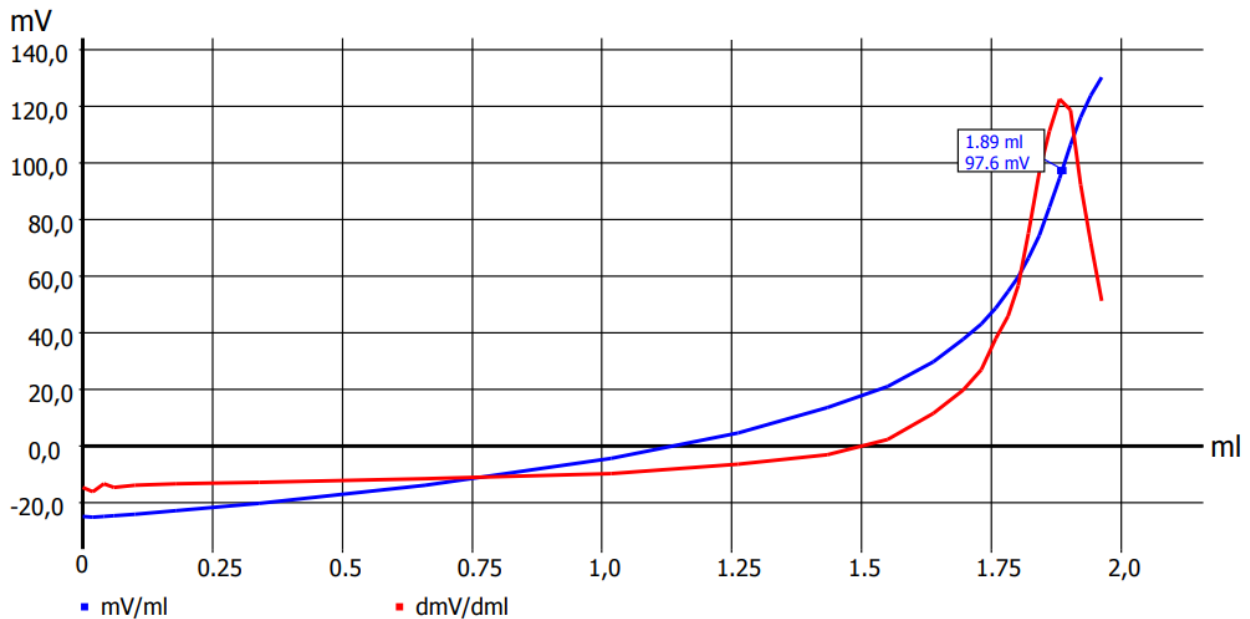
Eine Kalibrierung mit Puffern oder vergleichbaren Prüflösungen wie bei pH-Elektroden ist nicht möglich, aber auch nicht erforderlich. Bei einer pH-Elektrode wird ja die gemessene Spannung in mV im pH-Meter/Titrator durch ermittelten Werte der pH-Kalibrierung wie Steigung und Nullpunkt in pH-Werten umgerechnet. Außerdem gibt es viele Methoden, bei dem auf einen bestimmten pH-Wert titriert werden muss wie z.B. bei der Bestimmung der Gesamtsäure in Getränken.

Bei der Chloridtitration ist das nicht der Fall. Hier wird immer auf einen Äquivalenzpunkt (EQ) titriert. Das heißt es kommt nicht auf einen bestimmtes Messpotential an, sondern die Veränderung des Messpotentials während mehrerer Messpunkte.

Wir empfehlen zur Überprüfung der Silberelektrode eine Titration von einem Standard wie NaCl durchzuführen und die entstandene Titrationskurve mit einer gespeicherten Titrationskurve eines Standards am Anfang der Verwendung zur vergleichen. Die Potentiale sollten in der Größenordnung wie am Anfang sein. Wichtiger ist aber das Aussehen der Kurve. Diese sollte nicht verrauscht/gezackt sein.

Titrationsparameter

Probentitration



Standardmethode	Chloride %		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	3 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	3 s
		Drift	10 mV/min
Startwartezeit	0 s		
Dynamik	Steil	Max. Schrittweite	1.0 ml
		Steigung bei max. ml	15
		Min. Schrittweite	0.02 ml
		Steigung bei min. ml	230
Dämpfung	keine	Titrationsrichtung	steigend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	400
Max. Titrationsvolumen	50 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Bei manchen Proben kann es vorkommen, dass die Titrationskurve sehr flach ist und der Titrator die Titration nicht am EQ beendet. In diesem Fall sollte der Steigungswert für den EQ auf 200 verringert werden.

Berechnung:

$$Result [\%] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

B	0	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	35.45	Molekulargewicht von Chlorid
W	man	Einwaage [g]
F1	0.1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Soll die Berechnung nicht als % Chlorid, sondern als % NaCl erfolgen, so wird für M die Molare Masse von NaCl 58.44 g/mol eingestellt.