

pH-Messung in Milch und Milchprodukten

Die Herstellung von Butter, Joghurt oder Käse erfolgt stets durch Fermentation des Lactats unter Bildung von Milchsäure. Beim pH des isoelektrischen Punktes trennt sich das Casein und die Caseinate von der Flüssigkeit. Für eine saubere Trennung ist eine permanente Überwachung des pH-Wertes erforderlich. Weiterhin ist der pH-Wert für die Reinigung der Tanks bei den Reifungsprozessen oder auch für die Spezifikation der Käsesorte eine wichtige Größe.

Eine pH-Messung ist grundsätzlich mit verschiedenen Meßeinrichtungen wie Teststäbchen, Photometern, pH-Meter mit Glas-Elektroden- oder ISFET-Meßketten möglich. Der pH-Wert ist jedoch – was häufig unbekannt ist – ein durch das Verfahren definierter Meßwert, d. h. unterschiedliche Meßverfahren liefern auch unterschiedliche Meßwerte. All diese unterschiedlichen Meßergebnisse sind im Prinzip richtig. Da sich mit richtigen jedoch unterschiedlichen Meßergebnissen für ein und dieselbe Probe nicht viel anfangen läßt, definierte die IUPAC eine weltweit einheitliche pH-Skala, die auf einer elektrochemischen pH-Messung beruht. Die Normen und Vorschriften für die verschiedenen Anwendungsgebiete berücksichtigen diese Tatsache bereits schon seit vielen Jahren, so auch die Norm DIN 10456 „Bestimmung des pH-Wertes in Casein und Caseinaten“

Die *G Δ Tionode*[®] IJ 44 weist die optimalen Merkmale für die elektrochemische Messung des pH-Wertes in Milch und Milchprodukten auf.

Die Nadelmembran ist sowohl für Eintauchmessungen in der Milch als auch für Einstichmessungen in Hartkäse geeignet. Es genügt ein einfacher Wechsel der Elektrolytbrücke, um aus der Eintauch- eine Einstichmeßkette zu machen.



Schäfte für Eintauch- und Einstichmessungen

Eine Ringspaltüberführung verhindert, daß sich Verunreinigungen festsetzen können. Der komplette Schaft der Elektrolytbrücke läßt sich abziehen so daß eine gründliche Reinigung und Desinfektion der Membran, der Überführung und des Elektrolytraumes möglich ist. Bei dieser Gelegenheit erfolgt auch gleich der Wechsel der Brückenelektrolytlösung.

Hinweis: Aus Angaben in dieser Verfahrensvorschrift können keine Gewährleistungs- oder Haftungsansprüche geltend gemacht werden.

Verfahren für Butter, Joghurt, Käse, Milch und Quark

Nr. 0110001

Arbeitsgrundlage

DIN 10327 Milch und Milchprodukte, Probenahmetechnik, August 1993

Verfahrenskenndaten

Bestimmungsverfahren

Potentiometrische Messung mit einer Glas-Elektrodenmeßkette.

Arbeitsbereich

pH = 2 ... 8

bei einer Temperatur im Bereich von $\vartheta = 0^{\circ}\text{C} \dots 60^{\circ}\text{C}$

Meßeinrichtung

pH und Temperatur-Meßgerät

Auflösung: pH-Meßwert: 0,01

Auflösung: Temperaturwert: 0,1 K

Stabilitätskriterium: 1mV/30 Sekunden oder besser

pH-Meßkette *GDTionode*[®] IJ 44

- Glas-Elektrodenmeßkette
- Referenzelektrode mit abziehbarer Elektrolytbrücke
- Kabel fest und wasserdicht mit der Meßkette verbunden.
- Kettennullpunkt: $\text{pH}_0 7,0 \pm 0,2$

Verfahren für Butter, Joghurt, Käse, Milch und Quark

Nr. 0110001

Temperatursensor

Separates Widerstandsthermometer

pH-Referenzlösungen

Referenzlösung pH = 7,00 ± 0,5

Referenzlösung pH = 4,00 ± 0,5

Durchführung

Justieren der Meßeinrichtung

Vor Gebrauch einer neuen Meßkette die Meßeinrichtung nach den Angaben des Geräteherstellers mit den Referenzlösungen pH = 4 und pH = 7 justieren.

Qualitätsziele:

Steilheit $k' = 59,15 \text{ mV}$ bei 25°C

Obere Ausschlußgrenze AO: $k' > 59 \text{ mV}$

Untere Ausschlußgrenze AU: $k' < 57 \text{ mV}$

Anmerkungen: Haltbarkeit der Referenzlösung beachten

Kalibrieren und prüfen

Folgende Prüfungen vor jeder Meßreihe durchführen

Offset-Spannung

- Meßfunktion mV einstellen
- Meßkette in pH-Referenzlösung pH = 7 tauchen.
- Stabilitätskontrolle des pH-Meters einschalten und starten
- Stabilen Meßwert abwarten und notieren.

Verfahren für Butter, Joghurt, Käse, Milch und Quark

Nr. 0110001

Qualitätsziele:

Sollwert pH_s = Soll pH-Wert der Referenzlösung ($\Delta pH \pm 0,5$)

Obere Ausschlußgrenze AO: $pH_s + 0,05$

Untere Ausschlußgrenze AU: $pH_s - 0,05$

Beispiel Zulässiger Bereich bei Sollwert $pH_s = 7,00$: pH 3,95 ... 4,05

Anmerkungen: Haltbarkeit der Referenzlösung beachten

Über- oder unterschreitet der gemessene pH-Wert eine Ausschlußgrenze, die Meßkette reinigen oder austauschen.

Einstellverhalten

- Meßfunktion pH einstellen
- Meßkette mit etwas Wasser spülen.
- Stabilitätskontrolle einschalten und starten
- Meßkette in pH-Referenzlösung $pH = 4$ tauchen.
- Ergebnis abwarten und notieren.

Qualitätsziele:

Sollwert pH_s = Soll pH-Wert der Referenzlösung ($\Delta pH \pm 0,5$)

Obere Ausschlußgrenze AO: $pH_s + 0,01$

Untere Ausschlußgrenze AU: $pH_s - 0,05$

Beispiel Zulässiger Bereich bei Sollwert $pH_s = 4,01$: pH 3,96 ... 4,02

Über- oder Unterschreitet der gemessene pH-Wert eine Ausschlußgrenze, die Meßkette reinigen oder austauschen

Probenahme und Konservierung

entsprechend DIN 10327 durchführen

Verfahren für Butter, Joghurt, Käse, Milch und Quark

Nr. 0110001

Messung des pH-Wertes

Vorbereitung

Elektrolytlösung in die Elektrolytbrücke füllen und den Brückenschaft für Eintauchmessungen (Milch, Joghurt und Quark) bzw. Einstichmessungen (Butter und Käse) auf die Meßkette stecken.

Messung

- Die pH-Meßkette und den Temperaturfühler mit deionisiertem Wasser spülen.
- Die pH-Meßkette und den Temperaturfühler in die Probe tauchen (stecken).
- Driftkontrollfunktion am Meßgerät einschalten und starten.
- Stabilen Meßwert am Meßgerät ablesen.
- Die Meßkette grundsätzlich zwischen den einzelnen Messungen mit Seifenwasser und anschließend deionisiertem Wasser zu spülen.

Ergebnisangabe

Den pH-Wert auf 0,01 Stellen nach dem Komma dokumentieren (z. B. pH = 7,15).

Hinweise

- Glasmembran nicht anfassen.
- Es darf keine Feuchtigkeit in den Stecker der Meßkette oder in die pH-Buchse der pH-Meters gelangen.

Reinigen der Meßkette

Zwischen den Messungen die Meßkette mit Seifenwasser reinigen anschließend mit deionisiertem Wasser spülen.

Nach einer Meßreihe oder bei einem trägen Einstellverhalten die Elektrolytbrücke abziehen und den Schliff mit einem weichen Papiertuch und etwas Seifenwasser reinigen (gegebenenfalls die Meßkette desinfizieren).

Verfahren für Butter, Joghurt, Käse, Milch und Quark

Nr. 0110001

Lagerung

pH-Meter:

- Meßkette von Meßgerät abziehen,
- Meßgerät abschalten und an einer trockenen Stelle aufbewahren. Es darf keine Feuchtigkeit in die pH-Buchse gelangen.

Meßkette

- Meßkette reinigen
- Schutzkappe aufstecken.
- Meßkette vor Feuchtigkeit geschützt aufbewahren.

pH-Referenzlösungen

Vorratsflaschen verschließen, lichtgeschützt und kühl aufbewahren.