

Grundausbildung : Position 1.2

Refraktometrische Bestimmung des Freifettgehaltes in einem Milchpulver

Die Hauptbestandteile eines Vollmilchpulvers sind : Protein / Lactose / Mineralsalze und Fett. Das Fett kann gebunden in der Protein-/Laktosematrix oder ungebunden – als Freifett - an der Pulveroberfläche sein. Ein Qualitätsmerkmal für sensorisch gute Pulver sind möglichst tiefe Gehalte an freiem Fett. Je nach Herstellungsverfahren des Pulvers kann sich der Gehalt an freiem Fett zwischen 0.5% und 50% bewegen. Die nachfolgende Vorschrift beschreibt eine Möglichkeit zur quantitativen Bestimmung von Freifett in Milchpulver.

1. Methodik

- Probe wird in n-Hexan suspendiert
- Hexanphase quantitativ auf eine mit Silcagel / n-Hexan gefüllte Chromatographiesäule geben
- Freies Fett mit Dichlormethan eluieren
- Eluat auffangen und eindampfen
- Rückstand in n-Hexan aufnehmen
- Refraktometrische Bestimmung des Fettgehaltes mittels einer vorgängig gemachten Kalibrationsgeraden

2. Reagenzien und Geräte

- | | |
|---|----------------------|
| ▪ n-Hexan (Dichte : 0.659 g/cm ³) | liegt auf / Labor |
| ▪ Dichlormethan | liegt auf / Labor |
| ▪ Kieselgel K 100 / Fluka | liegt auf / Labor |
| ▪ Thermostatisiertes (20°C) Refraktometer | liegt auf / Labor |
| ▪ Rotavap | liegt auf / Labor |
| ▪ Glassäule | liegt auf / Kandidat |
| ▪ Pasteurpipetten | liegt auf / Kandidat |
| ▪ Reagensgläser (verschliessbar) | liegt auf / Kandidat |
| ▪ Watte | liegt auf / Labor |

3. Kalibrationsgerade

- Zirka 0.25 / 0.50 / 1.0 / 1.5 / 2.0 g Butterfett (ingesottene Butter) werden auf ein Milligramm genau in verschliessbare Reagensgläser eingewogen (Pasteurpipette / eingesottene Butter vorgängig mittels warmem Wasser verflüssigen) und mit 5.0 mL n-Hexan versetzt
- Nach der Hexan-Zugabe Reagensglas gut verschliessen und mischen
- Bestimmung des Refraktionsindex bei 20.0°C

4. Aufzeichnung der Kalibrationsdaten

- Der gemessene Brechungsindex wird in Funktion des Massenanteiles $w(\text{Butterfett})$ in der Gesamtmasse Butterfett-Hexan graphisch aufgezeichnet (Millimeterpapier liegt auf)

5. Chromatographiesäule

- Unteres Säulenende mit wenig Watte verschliessen und mit n-Hexan befeuchten
- Ca. 7 g Kieselgel in n-Hexan suspendieren und nach ca. 5 Min blasenfrei in die Säule einfüllen
- Nach dem Absetzen des Elutionsmittels wenig Watte auf das Säulenbett geben und diese mit wenig n-Hexan benetzen

6. Probenvorbereitung

- 1. Bestimmung : 2.00 g Milchpulver werden genau in ein 50 mL Becherglas eingewogen
- Milchpulver mit 10 mL n-Hexan versetzen. Zugabe eines Magnetrührstäbchens und 20 min (± 1 Min) auf dem Magnetrührer bei tiefer Drehzahl rühren lassen
- Hexanphase quantitativ, möglichst ohne Milchpulver, auf die vorbereitete Chromatographie Säule überführen, Milchpulveraufschlammung mit 2 mL n-Hexan kurz nachwaschen
- Säulenhähnen öffnen und Lösungsmittel in die Kolonne einfliessen lassen
- Mit 50 mL Dichlormethan eluieren. Eluat in einem 100 mL Rundkolben (RN 29/32) auffangen
- Kieselgel mit 15mL Hexan konditionieren, Säule ist bereit für die 2. Bestimmung (analog 1. Bestimmung, kein neues Kieselgel)
- Eluat am Rotavap eindampfen. Nach dem Abdampfen des Lösungsmittels wird der Rückstand ca. 5 Min bei maximalem Vakuum (Wasserbadtemperatur ca. $50^{\circ}\text{C} - 60^{\circ}\text{C}$) getrocknet und anschliessend gewogen
- Rückstand in 5.0 mL n-Hexan aufnehmen
- Bestimmung des Brechungsindex (20°C)

7. Auswertung / Angabe der Resultate

- 7.1. Graphische Darstellung der Kalibrationsgeraden auf Millimeterpapier
- 7.2. Steigung der Kalibrationsgeraden ermittelt aus der graphischen Darstellung
- 7.3. Tabellarische Zusammenstellung der Kalibrationsdaten
- 7.4. Freifettgehalt in [g] nach dem Trocknen (Einzelwerte)
- 7.5. Freifettgehalt in [g / 100g Milchpulver] (Einzelwerte) berechnet mit Hilfe der Kalibrationsgeraden
- 7.6. Schriftliche Beurteilung der Resultate für den Freifettgehalt in [g / 100g Milchpulver]
- 7.7. Nummer des verwendeten Refraktometers

8. Entsorgung

Kieselgel und Lösungsmittel werden in die bereitstehenden Behälter entsorgt.