



Application Note AN-I-033

Bestimmung von Ammoniak in Kakao

Zuverlässige, kosten- und zeitsparende Bestimmung von Ammoniak durch Standardaddition

Ammoniak ist eine der am häufigsten verwendeten Chemikalien. Es wird auch auf natürliche Weise in unserem Körper durch Fermentationsprozesse erzeugt und ist in verschiedenen Produkten zu finden. Außerdem entsteht Ammoniak bei der bakteriellen Zersetzung von tierischem und pflanzlichem Material im Boden. Im Falle von Kakao entsteht Ammoniak auf natürliche Weise durch die Fermentation der Kakaobohnen, und der Zusatz von Ammoniak während des Alkalisierungsprozesses ist eine gängige

Praxis, um den Kakaonibs eine intensive schwarze Farbe zu verleihen und ihren Geschmack zu verändern. Ammoniak wird in der Regel als Ammoniumion durch Ionenchromatographie bestimmt. Diese Application Note bietet eine einfache Möglichkeit, alternativ zur IC den Ammoniakgehalt in Kakaonibs mit Hilfe der Ionenmessung zu bestimmen, wobei die Standardadditionstechnik auf zuverlässige, kosten- und zeitsparende Weise angewendet wird.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Probe wird in 400 mL verdünnter Salzsäure (HCl) 30 Sekunden lang homogenisiert. Anschließend wird sie unter Ausnutzung der Schwerkraft durch ein gefaltetes Filterpapier in einen Messkolben filtriert.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die filtrierte Probenlösung wird in ein Becherglas pipettiert und mit entionisiertem Wasser auf 50 mL aufgefüllt. Es wird hochkonzentrierte Natriumhydroxidlösung (NaOH) zugegeben und die Standardaddition durchgeführt.

Die resultierende filtrierte Lösung wird bis zur Markierung auf dem Kolben mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.



Abbildung 1. 867 pH-Modul, gesteuert durch die tiamo-Software zur Durchführung der Standardaddition.

ERGEBNISSE

Die Standardzugabe erfolgt automatisch innerhalb von 10 Minuten unter Verwendung des in **Abbildung 1** dargestellten Aufbaus. Die Zugabe der Reagenzieninkremente sowie die Berechnung des Ammoniakgehalts im Kakao werden automatisch von **tiamo™** durchgeführt.

Tabelle 1. Ammoniakgehalt von Probe B und Probe X (Kakao). Beide Proben wurden in ihrer natürlichen und in ihrer alkalisierten Form gewonnen. Die Probe B wurde mit Ammoniak alkalisiert, während die Probe X ohne Ammoniak alkalisiert wurde.

	Mittelwert / mg/kg	SD /mg/kg	RSD/%
Probe B	151,6	2,6	1,71
Probe B, alkalisiert	499,0	6,9	1,39
Probe X	136,5	1,8	1,35
Probe X, alkalisiert	189,7	0,8	0,43

FAZIT

In dieser Application Note wird gezeigt, wie Ammoniak in Kakaoproben mit Hilfe der Standardadditionsmethode auf einfache Art und Weise bestimmt werden kann. Die Standardadditionsmethode ist einfach in der Anwendung und erfordert wenig Systempflege.

Außerdem ist diese Methode matrixunabhängig und benötigt keine externe Kalibrierung. Die erzielten Ergebnisse weisen eine gute Reproduzierbarkeit mit einer relativen Standardabweichung $<2\%$ auf, was für die Ionenmessung ganz akzeptabel ist.

Interne Referenz: AW ISE CH-0180-122021

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

GERÄTEKONFIGURATION



867 pH Module mit tiamo™ light

High-end pH/Ionenmeter basierend auf dem 867 pH Module, inklusive **tiamo™ light**, 854 iConnect und intelligenter pH-Glaselektrode «iUnitrode».

Neben Messung von pH, Temperatur, mV, Ipol, Upol und Konzentration kann das pH Module Standardadditionen (manual, dos, autos) und Liquid Handling (add, prep, empty) durchführen. Es ermöglicht die Verwendung von sowohl herkömmlichen als auch intelligenten Sensoren zum Messen. In die Software integriert ist auch ein automatischer GLP-konformer pH-Elektrodentest.

Das pH Module besitzt 2 USB-Schnittstellen zum Anschluss von Druckern, Barcodelesern oder Probenwechslern und 4 MSB-Schnittstellen für Rührer oder Dosinos (für die Zugabe von Hilfslösungen oder für die Standardaddition).

Eingebunden in **tiamo™** (ab 2.0) erfüllt es die Anforderungen von GLP und FDA 21 CFR part 11.