ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

ILNAS

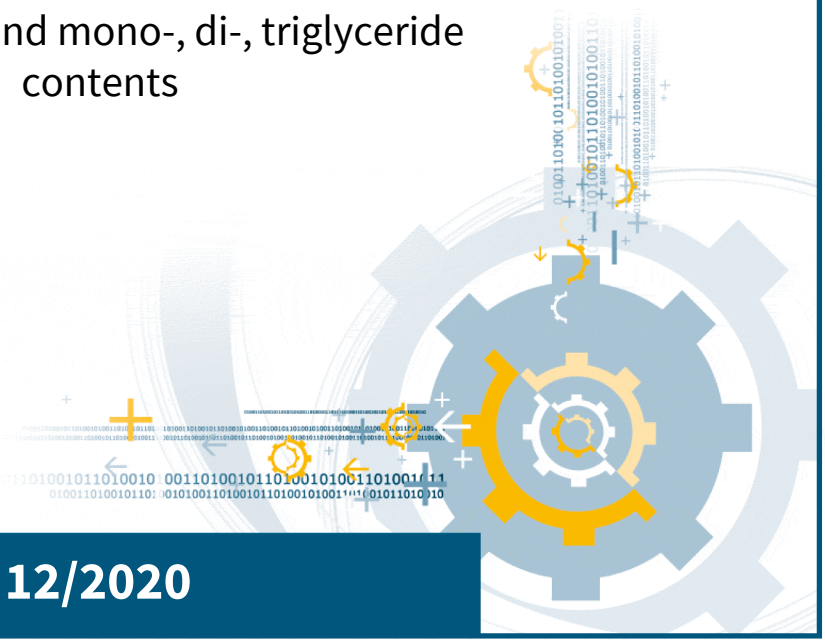
Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN 14105:2020

Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen - Fettsäure-Methylester (FAME) - Bestimmung des Gehaltes an freiem und

Produits dérivés des corps gras - Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) - Détermination de la teneur en glycérols libre et total et en mono-, di- et

Fat and oil derivatives - Fatty Acid Methyl Esters (FAME) - Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents



12/2020

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN 14105:2020 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN 14105:2020 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html

ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT
Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN 14105

Dezember 2020

ICS 67.200.10

Ersetzt EN 14105:2011

Deutsche Fassung

Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen - Fettsäure-Methylester (FAME) - Bestimmung des Gehaltes an freiem und Gesamtglycerin und Mono-, Di- und Triglyceriden

Fat and oil derivatives - Fatty Acid Methyl Esters (FAME) - Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents

Produits dérivés des corps gras - Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) - Détermination de la teneur en glycérols libre et total et en mono-, di- et triglycérides

ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 2. November 2020 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

© 2020 CEN Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den nationalen Mitgliedern von CEN vorbehalten.

Ref. Nr. EN 14105:2020 D

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 3
1 Anwendungsbereich ... 4
2 Normative Verweisungen ... 4
3 Begriffe ... 4
4 Kurzbeschreibung ... 5
5 Chemikalien ... 5
6 Prüfeinrichtung ... 6
7 Vorbereitung der Lösungen ... 6
7.1 Stammlösung mit 1,2,4-Butantriol, 1 mg/ml ... 6
7.2 Stammlösung mit Glycerin, 0,5 mg/ml ... 6
7.3 Standard-Glycerid Stammlösung, 2,5 mg/ml ... 7
7.4 Kommerziell erhältliche Monoglyceride ... 7
7.5 Kalibrierlösungen ... 7
8 Probenahme ... 7
9 Verfahren ... 7
9.1 Geräteeinstellungen ... 7
9.2 Analyse der Kalibrierlösungen ... 8
9.3 Analyse der kommerziell erhältlichen Monoglyceridmischung ... 8
9.4 Herstellung und Analyse der Proben ... 8
9.5 Identifizierung ... 9
9.6 Kalibrierung ... 9
9.7 Überprüfung der Säulenleistung ... 9
10 Berechnung der Ergebnisse ... 9
10.1 Integration der Peaks ... 9
10.2 Kalibrierfunktion für Glycerin ... 10
10.3 Freies Glycerin ... 10
10.4 Glyceride ... 10
10.5 Gesamtglycerin ... 11
11 Angabe der Ergebnisse ... 11
12 Präzision ... 11
12.1 Ringversuch (ILS, en: interlaboratory study) ... 11
12.2 Wiederholbarkeit, *r* ... 11
12.3 Vergleichbarkeit, *R* ... 12
13 Prüfbericht ... 12
Anhang A (informativ) Probenchromatogramm ... 13
Anhang B (informativ) Berechnung der Kalibrierfunktion ... 21
Anhang C (informativ) Arbeitsbeispiel ... 23
Anhang D (informativ) Ringversuchsergebnisse ... 25
Literaturhinweise ... 27

ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 14105:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsaaten, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2021 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 14105:2011.

Die technischen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— redaktionelle Überarbeitung des Dokuments;

— Verbesserung der Qualität der Bilder;

— Hinzufügung von Bildern in Anhang A zur Präzisierung.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren fest, um den Gehalt an freiem Glycerin und restlichen Mono-, Di- und Triglyceriden in Fettsäure-Methylestern (FAME) zu bestimmen. Der Gesamtglyceringehalt wird anschließend aus den erhaltenen Ergebnissen berechnet.

Die Bestimmungsgrenzen sind für die festgelegten analytischen Bedingungen 0,001 % (*m*/*m*) für freies Glycerin und 0,10 % (*m*/*m*) für alle Glyceride (Mono-, Di- und Tri-). Das Verfahren ist geeignet für FAME aus Rapsöl, Sonnenblumenöl, Sojaöl, Palmöl, tierischen Ölen und Fetten und für deren Mischungen. Es ist nicht geeignet für FAME aus oder mit Kokosnuss- und Palmkernölderivaten, da hier verschiedene überlappende Glyceridpeaks auftreten.

ANMERKUNG 1 Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz der Ausdruck „% (*m*/*m*)“ verwendet.

ANMERKUNG 2 Unter den allgemeinen GC-Bedingungen nach EN 14105 kann Squalen mit Alpha-Glycerin-Monostearat koeluieren. Falls die Anwesenheit von Squalen vermutet wird, kann EN 17057 zur Unterscheidung zwischen Squalen und Glycerin-Monostearat angewendet werden.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor der Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 5555, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Probenahme (ISO 5555)*

EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170)*

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:

— IEC Electropedia: verfügbar unter http://www.electropedia.org/

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter https://www.iso.org/obp

ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

4 Kurzbeschreibung

Glycerin sowie die Mono- und Diglyceride werden in Gegenwart von Pyridin und N-Methyl-N-Trimethylsilyltrifluoracetamid (MSTFA) in die flüchtigeren und stabileren silylierten Derivate umgesetzt.

Die Probe wird nach der Silylierung mittels Gaschromatographie auf kurzen Dünnfilm-Kapillarsäulen in einen On-Column-Injektor oder einen gleichwertigen Injektor mit einem Flammenionisationsdetektor analysiert.

Nach der Kalibrierung des Verfahrens erfolgt die Quantifizierung von Glycerin mit Hilfe des internen Standards 1,2,4-Butantriol.

Die Bestimmung der Mono-, Di- und Triglyceride erfolgt für jede Glyceridgruppe direkt mit Hilfe je eines internen Standards:

— Glyceryl-Monononadecanoat (Mono C19) für Monoglyceride;

— Glyceryl-Dinonadecanoat (Di C38) für Diglyceride;

— Glyceryl-Trinonadecanoat (Tri C57) für Triglyceride.

5 Chemikalien

Sofern nicht anders festgelegt, werden ausschließlich Chemikalien anerkannter analytischer Reinheit verwendet.

5.1 N-Methyl-N-Trimethylsilyltrifluoracetamid (MSTFA).

5.2 Pyridin, mit höchstens 0,1 % Wasser, über Molekularsieb aufbewahrt.

Pyridin (Silylierungsqualität) (5.10) kann ebenfalls verwendet werden.

5.3 Tetrahydrofuran (THF).

5.4 n-Heptan.

5.5 Glycerin.

5.6 1,2,4-Butantriol.

5.7 1-Glyceryl-Monononadecanoat (Mono C19).

5.8 1,3-Glyceryl-Dinonadecanoat (Di C38).

5.9 Glyceryl-Trinonadecanoat (Tri C57).

5.10 Pyridin, Silylierungsqualität.

ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

6 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und insbesondere folgende Geräte.

6.1 Gaschromatograph (GC), der mit einem On-Column-Injektor oder einem gleichwertigen Injektor ausgerüstet ist, ein temperierbarer Ofen und ein Flammenionisationsdetektor.

6.2 Kapillarsäule, die für Temperaturen bis 400 °C geeignet ist („Hochtemperatursäule“), mit den nachfolgend empfohlenen Eigenschaften:

— stationäre Phase: 100 % Dimethylpolysiloxan oder 95 % Dimethyl- 5 % Diphenylpolysiloxan;

— Länge 15 m;

— Innendurchmesser: 0,32 mm;

— Filmdicke: 0,1 µm.

6.3 Messkolben, 50 ml Fassungsvermögen, Qualität A.

6.4 Messkolben, 20 ml Fassungsvermögen, Qualität A.

6.5 Messkolben, 10 ml Fassungsvermögen, Qualität A.

6.6 Probengläschen, mit Schraubverschluss und mit Polytetrafluorethylen (PTFE) beschichteten Septen, 10 ml Fassungsvermögen.

6.7 Präzisionspipette, 1 ml Fassungsvermögen.

6.8 Präzisionspipette oder Spritze, 100 µl Fassungsvermögen.

6.9 Präzisionspipette oder Spritze, 500 µl Fassungsvermögen.

6.10 Messzylinder, Fassungsvermögen 10 ml.

6.11 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von ±1 mg oder besser und einer Ablesbarkeit von ±0,1 mg oder besser.

6.12 Trägergas, Wasserstoff oder Helium.

6.13 Hilfsgase, wie Luft, Wasserstoff und Stickstoff.

7 Vorbereitung der Lösungen

7.1 Stammlösung mit 1,2,4-Butantriol, 1 mg/ml

Es werden (50,0 ± 0,1) mg 1,2,4-Butantriol (5.6) in einen 50-ml-Messkolben (6.3) eingewogen und mit Pyridin (5.2 oder 5.10) bis zur Marke aufgefüllt.

7.2 Stammlösung mit Glycerin, 0,5 mg/ml

Es werden (50,0 ± 0,1) mg Glycerin (5.5) in einen 10-ml-Messkolben (6.5) eingewogen und mit Pyridin (5.2 oder 5.10) bis zur Marke aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung wird in einen 10-ml-Messkolben (6.5) mit einer Pipette (6.7) überführt und mit Pyridin (5.2 oder 5.10) bis zur Markierung aufgefüllt.

ILNAS-EN 14105:2020 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop