

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

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 307 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-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.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC-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.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



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

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

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Chemikalien	6
6 Prüfeinrichtung	6
7 Vorbereitung der Lösungen	7
7.1 Stammlösung mit 1,2,4-Butantriol, 1 mg/ml	7
7.2 Stammlösung mit Glycerin, 0,5 mg/ml	7
7.3 Standard-Glycerid-Stammlösung, 2,5 mg/ml	7
7.4 Handelsübliche Mischung von Monoglyceriden	7
7.5 Kalibrierlösungen	8
8 Probenahme	8
9 Verfahren	8
9.1 Betriebsbedingungen	8
9.2 Analyse der Kalibrierlösungen	8
9.3 Analyse der handelsüblichen Monoglyceridmischung	9
9.4 Herstellung und Analyse der Proben	9
9.5 Identifizierung	9
9.6 Kalibrierung	9
9.7 Überprüfung der Säulenleistung	9
10 Berechnung der Ergebnisse	10
10.1 Integration der Peaks	10
10.2 Kalibrierfunktion für Glycerin	10
10.3 Freies Glycerin	11
10.4 Glyceride	11
10.5 Gesamtglycerin	11
11 Angabe der Ergebnisse	11
12 Präzision	12
12.1 Ringversuch (ILS, en: interlaboratory study)	12
12.2 Wiederholbarkeit, r	12
12.3 Vergleichbarkeit, R	12
13 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Probenchromatogramm	14
Anhang B (informativ) Berechnung der Kalibrierfunktion	22
Anhang C (informativ) Praktisches Beispiel für die Berechnung der Kalibrierfunktion	24
Anhang D (informativ) Ringversuchsergebnisse	26
Literaturhinweise	28

Bilder

Bild A.1 — RME-Probenchromatogramm	14
Bild A.2 — Peaks der Monoglyceride einer RME-Probe	15
Bild A.3 — Peaks der Diglyceride einer RME-Probe	16
Bild A.4 — Peaks der Triglyceride einer RME-Probe	17
Bild A.5 — PME-Probenchromatogramm	18
Bild A.6 — Peaks der Diglyceride einer PME-Probe	19
Bild A.7 — Peaks der Diglyceride einer PME-Probe, die Fettsäure-Methylester-Dimere enthält	20

Bild A.8 — Peaks der Triglyceride einer PME-Probe 21

Tabellen

Tabelle 1 — Vorbereitung der Kalibrierlösungen 8
Tabelle 2 — Beispiel für Analysebedingungen 8
Tabelle 3 — Wiederholbarkeit 12
Tabelle 4 — Vergleichbarkeit 12
Tabelle B.1 — Experimentelle Daten 22
Tabelle B.2 — Daten der Regressionsfunktion 22
Tabelle C.1 — Experimentelle Daten 24
Tabelle C.2 — Regressionsdaten 24
Tabelle D.1 — Monoglyceride 26
Tabelle D.2 — Diglyceride 26
Tabelle D.3 — Triglyceride 26
Tabelle D.4 — Freies Glycerin 27
Tabelle D.5 — Gesamtglycerin 27

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14105:2023) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14105:2020 ersetzen.

Im Vergleich zur Vorgängerausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- die Wägegenauigkeit (Fehlergrenze der Waage) wird festgelegt.

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 unter den beschriebenen 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 koeluiieren. 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:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

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

Die Probe wird nach der Silylierung mittels Gaschromatographie auf einer kurzen Dünnschicht-Kapillarsäule mit einem On-Column-Injektor oder einer gleichwertigen Vorrichtung und mittels Flammenionisationsdetektion analysiert.

Nach einem Kalibriervorgang erfolgt die Quantifizierung von Glycerin in Gegenwart des internen Standards 1,2,4-Butantriol.

Die Bestimmung der Mono-, Di- und Triglyceride erfolgt direkt in Gegenwart eines internen Standards für jede Glyceridgruppe:

- Glyceryl-Mononadecanoat (Mono C19) für Monoglyceride;
- Glyceryl-Dinonadecanoat (Di C38) für Diglyceride;
- Glyceryl-Trinonadecanoat (Tri C57) für Triglyceride.

5 Chemikalien

Sofern nicht anders festgelegt, werden nur Chemikalien anerkannter analytischer Qualität 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-Mononadecanoat (Mono C19).

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

5.9 Glyceryl-Trinonadecanoat (Tri C57).

5.10 Pyridin, Silylierungsqualität.

6 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und insbesondere folgende Geräte.

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

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

- stationäre Phase: 100 % Dimethylpolysiloxan oder 95 % Dimethyl- und 5 % Diphenylpolysiloxan;
- Länge 15 m;
- Innendurchmesser: 0,32 mm;
- Filmdicke: 0,1 µm.

6.3 Messkolben, 50 ml Fassungsvermögen, Qualität A.