

DIN EN 14103

ICS 67.200.10

Ersatz für
DIN EN 14103:2015-05

**Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen –
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Bestimmung des Ester-Gehaltes und des Gehaltes an
Linolensäure-Methylester;
Deutsche Fassung EN 14103:2020**

Fat and oil derivatives –
Fatty Acid Methyl Esters (FAME) –
Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents;
German version EN 14103:2020

Produits dérivés des corps gras –
Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) –
Détermination de la teneur en ester et en ester méthylique de l'acide linoléique;
Version allemande EN 14103:2020

Gesamtumfang 21 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP
DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 14103:2020) 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 (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-14 AA „Chromatographische Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14103:2015-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) im Anwendungsbereich wurden Informationen zu natürlich vorkommendem Methyl-Nonadecanoat aufgenommen;
- b) neues Verfahren zur Prüfung auf Reinheit des Methyl-Nonadecanoats mit neuen GC-Bedingungen und Verringerung der für GC geeigneten Mindestreinheit 99,5 % (m/m) auf 99,0 % (m/m);
- c) Überarbeitung der Berechnung der Ergebnisse durch Einbeziehung des theoretischen Flammenionisationsdetektor-Korrekturfaktors (TCF, en: theoretical flame ionization detector correction factor); damit wird eine bessere Genauigkeit des berechneten Gehalts bei Vorhandensein von Methylestern mit kurzen Ketten erzielt;
- d) neuer Ringversuchs (ILS, en: inter-laboratory study) durchgeführt und Präzision angepasst;
- e) Ergänzung vorhandener und Aufnahme neuer Beispielchromatogramme;
- f) Berechnung des Musters der Fettsäure-Methylester als informativer Anhang C;
- g) Änderung der Art der Integration in 8.4, indem sämtliche Peaks berücksichtigt werden, wohingegen in der vorherigen Ausgabe alle als Fettsäure-Methylester identifizierten Peaks berücksichtigt wurden;
- h) Erhöhung des Probenteils der FAME-Probe in 8.3 auf 250 mg, während in der vorherigen Ausgabe der Probenteil der Probe 100 mg betrug;
- i) redaktionelle Überarbeitung des Dokuments.

Frühere Ausgaben

DIN EN 14103: 2003-10, 2011-07, 2015-05

Deutsche Fassung

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

Fat and oil derivatives —
Fatty Acid Methyl Esters (FAME) —
Determination of ester and linolenic acid methyl ester
contents

Produits dérivés des corps gras —
Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) —
Détermination de la teneur en ester et en ester
méthylique de l'acide linoléique

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. November 2019 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

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Chemikalien	5
6 Prüfeinrichtung	5
7 Probenahme	5
8 Durchführung	6
8.1 Betriebsbedingungen	6
8.2 Bestimmung der für GC geeigneten Reinheit des internen Standards	6
8.3 FAME-Probenvorbereitung und -Analyse	7
8.4 Identifizierung	7
9 Berechnung	7
9.1 Bestimmung des Estergehaltes	7
9.2 Bestimmung des Linolensäure-Methylestergehaltes	10
9.3 Angabe der Ergebnisse	10
10 Präzision	10
10.1 Allgemeines	10
10.2 Wiederholbarkeit	11
10.3 Vergleichbarkeit	11
11 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Chromatogramme von FAME-Proben – Bestimmung des Estergehaltes und des Gehalts an Linolensäure-Methylester – Zusammenfassung der Analysebedingungen	12
Anhang B (informativ) Ringversuchsergebnisse	16
Anhang C (informativ) Berechnung des Musters der Fettsäure-Methylester	18
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 14103:2020) 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 Juli 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2020 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 14103:2011.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

- a) im Anwendungsbereich wurden Informationen zu natürlich vorkommendem Methyl-Nonadecanoat aufgenommen;
- b) neues Verfahren zur Prüfung auf Reinheit des Methyl-Nonadecanoats mit neuen GC-Bedingungen und Verringerung der für GC geeigneten Mindestreinheit 99,5 % (*m/m*) auf 99,0 % (*m/m*);
- c) Überarbeitung der Berechnung der Ergebnisse durch Einbeziehung des theoretischen Flammenionisationsdetektor-Korrekturfaktors (TCF, en: theoretical flame ionization detector correction factor); damit wird eine bessere Genauigkeit des berechneten Gehalts bei Vorhandensein von Methylestern mit kurzen Ketten erzielt;
- d) neuer Ringversuchs (ILS, en: inter-laboratory study) durchgeführt und Präzision angepasst;
- e) Ergänzung vorhandener und Aufnahme neuer Beispielchromatogramme;
- f) Berechnung des Musters der Fettsäure-Methylester als informativer Anhang C;
- g) Änderung der Art der Integration in 8.4, indem sämtliche Peaks berücksichtigt werden, wohingegen in der vorherigen Ausgabe alle als Fettsäure-Methylester identifizierten Peaks berücksichtigt wurden;
- h) Erhöhung des Probenteils der FAME-Probe in 8.3 auf 250 mg, während in der vorherigen Ausgabe der Probenteil der Probe 100 mg betrug;
- i) redaktionelle Überarbeitung des Dokuments.

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.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren für die Bestimmung des Estergehaltes in Fettsäure-Methylestern (FAME) fest, die als Blendkomponente für Dieseldieselkraftstoff Verwendung finden. Darüber hinaus ermöglicht das Verfahren, den Gehalt an Linolensäure-Methylester zu bestimmen. Mit diesem Verfahren lässt sich sicherstellen, dass der Estergehalt in Fettsäure-Methylester größer als 90 % (m/m) ist und der Gehalt an Linolensäure-Methylester zwischen 1 % (m/m) und 15 % (m/m) ist.

Die Präzision wurde nur mit FAME mit einem Estergehalt von 95 % (m/m) und 100 % (m/m) ermittelt, wodurch der Bereich des Grenzwertes abgedeckt ist. Das Verfahren ist auch außerhalb dieses Bereichs geeignet, die Präzision für niedrigere Konzentrationen ist jedoch Gegenstand weiterführender Arbeiten.

Dieses Prüfverfahren ist für Methylester mit einer Kettenlänge von C6 bis C24 anwendbar.

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

Dieses Verfahren wurde für FAME-Proben aus gängigen Rohstoffen ausgearbeitet. Bei FAME-Proben aus einem nicht identifizierten Rohstoff wird eine Lösung der zu untersuchenden Probe ohne Zugabe eines internen Standards hergestellt, um die Abwesenheit natürlichen Methyl-Nonadecanoats oder anderer, unbekannter Substanzen, die zusammen mit dem IS eluieren, nachzuweisen.

ANMERKUNG 2 Das Verfahren zur Berechnung des Musters von Fettsäure-Methylestern ist in Anhang C angeführt.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Verfahrens kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Verfahren beansprucht nicht, alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln, es liegt jedoch in der Verantwortung des Anwenders vor der Anwendung angemessene Maßnahmen hinsichtlich Sicherheit und Gesundheit zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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 <http://www.iso.org/obp>

4 Kurzbeschreibung

Der Massenanteil der gesamten Fettsäure-Methylester in Prozent und der Massenanteil an Linolensäure-Methylester in Prozent in der Probe werden gaschromatographisch mit Hilfe eines internen Standards (Methyl-Nonadecanoat) bestimmt.

5 Chemikalien

Es sind ausschließlich Chemikalien anerkannter analytischer Reinheit zu verwenden, sofern nicht anders festgelegt.

5.1 Toluol, analysenrein, keine Verunreinigungen von Toluol, die nach Methyl ester C6:0 eluieren.

5.2 Methyl-Nonadecanoat (FAME C19:0), für GC geeignete Reinheit, min. 99,0 % (*m/m*).

Die Eignung der Reinheit von Methyl-Nonadecanoat für die GC muss nach dem in 8.2 beschriebenen Verfahren für jede neue Charge überprüft werden.

Der Standard muss bei Raumtemperatur trocken aufbewahrt werden (z. B. in einem Exsikkator), um die Absorption von Wasser möglichst zu vermeiden. Wenn eine neue Charge des Standards geöffnet wird, muss der Wassergehalt weniger als 0,2 % (*m/m*) betragen und über eine Karl-Fischer-Titration überprüft werden.

Wenn die Reinheit geringer als 99,0 % (*m/m*) ist, darf der Standard nicht für diese Bestimmung verwendet werden.

5.3 Trägergas, Wasserstoff oder Helium, Reinheit 99,999 5 % oder besser, für die Gaschromatographie geeignete Qualität, getrocknet, Sauerstoff mit geeigneten Filtern entfernt (< 0,1 mg/kg), frei von organischen Verunreinigungen.

5.4 Hilfsgase, Wasserstoff und Luft, für die Gaschromatographie geeignete Qualität, frei von organischen Verunreinigungen.

6 Prüfeinrichtung

Übliche Laboreinrichtung, insbesondere Folgendes:

6.1 Gaschromatograph, mit einem Injektionssystem mit einstellbarem Splitverhältnis oder einer gleichwertigen Vorrichtung, einem Ofen mit programmierbarer Temperatur und einem Flammenionisationsdetektor.

6.2 Kapillarsäule, belegt mit Polyethylenglykol (Carbowax 20M) als stationäre Phase. Als geeignet erwiesen haben sich eine Länge von 30 m, ein Innendurchmesser von 0,25 mm und eine Filmdicke von 0,25 µm.

Andere als mit Polyethylenglykol belegte stationäre Phasen sollten vor dem Gebrauch überprüft werden, da Co-Elution zwischen dem internen Standard (FAME C19:0) und anderen Fettsäure-Methylestern auftreten kann.

ANMERKUNG Es gibt in der Tat eine Co-Elution von FAME C19:0 und Linolsäure-Methylester (FAME C18:2), wenn eine Säule mit einer stationären Phase wie 70 % Cyanopropyl-Polysilphenylen-Siloxan (BPX70) eingesetzt wird.

6.3 Einweg-Probenzylinder mit Einwegstopfen aus Kunststoff, Fassungsvermögen 10 ml.

6.4 Pipette, Fassungsvermögen 10 ml.

6.5 Analytische Waage, mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,1$ mg.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Teil des in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 5555 [1] festgelegt.