

DIN EN 14105

ICS 67.200.10

Ersatz für
DIN EN 14105:2003-10

**Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen –
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Bestimmung des Gehaltes an freiem und Gesamtglycerin und
Mono-, Di- und Triglyceriden;
Deutsche Fassung EN 14105:2011**

Fat and oil derivatives –

Fatty Acid Methyl Esters (FAME) –

Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents;

German version EN 14105:2011

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;

Version allemande EN 14105:2011

Gesamtumfang 23 Seiten

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

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) und des CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte mit mineralölstämmiger, synthetischer oder biologischer Herkunft“ (Sekretariat: NEN, Niederlande).

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-32-01 UA „Prüfung von FAME“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) in Zusammenarbeit mit dem NA 057-05-05 AA „Gemeinschaftsausschuss für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14105:2003-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Präzision wurde verbessert;
- b) mehrere getrennte interne Standards für Mono- (C19), Di- (C38) und Triglyceride (C57) wurden eingeführt;
- c) repräsentative interne Standards für Mono-, Di- und Triglyceride werden verwendet, um auf die Verwendung von Kalibrierlösungen für diese Komponenten zu verzichten;
- d) Integration der Signale wurde verbessert;
- e) Begutachtung von Interferenzen durch kleinere Gehalte anderer Komponenten (d. h. Dimere) wurden vorgenommen;
- f) es wurde ein Beurteilungsmaßstab für die Leistung der gaschromatographischen Säule eingeführt, der mit Hilfe der Responsefaktoren der Internen Standards der Di- und Triglyceride berechnet wird.

Frühere Ausgaben

DIN EN 14105: 2003-10

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

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10.März 2011 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 Management-Zentrum des CEN-CENELEC 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, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Kurzbeschreibung	4
3 Chemikalien	4
4 Geräte	5
5 Herstellung der Lösungen	6
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
7.1 Geräteeinstellungen	7
7.2 Analyse der Kalibrierlösungen	7
7.3 Analyse der kommerziell erhältlichen Monoglyceridmischung	7
7.4 Herstellung und Untersuchung der Probenteile	8
7.5 Signal-Identifikation	8
7.6 Kalibrierung	8
7.7 Überprüfung der Säulenleistung	8
8 Berechnung der Ergebnisse	9
8.1 Signalintegration	9
8.2 Kalibrierfunktion für Glycerin	9
8.3 Freies Glycerin	9
8.4 Glyceride	10
8.5 Gesamtgehalt an Glycerin	10
9 Angabe der Ergebnisse	10
10 Präzision	10
10.1 Ringversuche	10
10.2 Wiederholbarkeit	11
10.3 Vergleichbarkeit	11
11 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Beispiel eines Chromatogramms	12
Anhang B (normativ) Berechnung der Kalibrierfunktion	16
Anhang C (informativ) Arbeitsbeispiel	18
Anhang D (informativ) Ringversuchsergebnisse	19
Literaturhinweise	21

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14105:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2011 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 14105:2003.

Die wesentlichen Änderungen bestehen darin:

- repräsentative interne Standards für Mono-, Di- und Triglyceride zu verwenden, um auf die Verwendung von Kalibrierlösungen für diese Komponenten zu verzichten;
- es wurde ein Beurteilungsmaßstab für die gaschromatographische Säule eingeführt, der mit Hilfe der Responsefaktoren der internen Standards der Di- und Triglyceride berechnet wird.

Dieses Dokument wurde überarbeitet, um für die Grenzwertsetzung in der europäischen FAME-Anforderungsnorm für Anwendungen in Kraftfahrzeugen [1] allgemein eine bessere Präzision zu erreichen. Hierzu wurden mehrere getrennte interne Standards für Mono- (C19), Di- (C38) und Triglyceride (C57) eingeführt. Weiterhin wurde die Integration der Signale verbessert und eine Begutachtung von Interferenzen durch kleinere Gehalte anderer Komponenten (d. h. Dimere) vorgenommen.

Die Verbesserung der Präzisionsangaben für Freies Glycerin und Diglyceride wurde in Ringversuchen nachgewiesen. Für die Bestimmung der Triglyceride wurde die Präzision bestätigt, aber nicht verbessert.

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

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren fest, um freies Glycerin und Reste an Mono-, Di- und Triglyceriden in Fettsäure-Methylester (FAME), die als Zugabe zu Mineralölen vorgesehen sind, zu bestimmen. Der Gesamtglyceringehalt wird anschließend aus den erhaltenen Messwerten 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 einsetzbar für FAME aus Rapsöl, Sonnenblumenöl und Sojaöl, Palmöl, für tierische Fette und Öle und für deren Mischungen. Es kann nicht eingesetzt werden für FAME aus Kokosnuss- und Palmkernölen, da hier überlappende Peaks auftreten.

ANMERKUNG Für die Zwecke dieser Europäischen Norm wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz der Ausdruck „% (*m/m*)“ verwendet.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Verfahrens kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen hinsichtlich Sicherheit und Gesundheit zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

2 Kurzbeschreibung

Das Glycerin sowie die Mono-, Diglyceride werden in die besser flüchtigen silylierten Derivate durch Zugabe von N-Methyl-N-Trimethylsilyltrifluoracetamid (MSTFA) in Gegenwart von Pyridin umgesetzt.

Die silylierten Derivate werden mittels Gaschromatographie auf kurzen Dünnschicht-Kapillarsäulen nach direkter Injektion in ein On-column-Injektionssystem oder vergleichbares Aufgabesystem mit einem Flammenionisationsdetektor analysiert.

Nach der Kalibration des Verfahrens erfolgt die Bestimmung 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:

- Glycerol-Mononadecanoat (Mono C19) für Monoglyceride
- Glycerol-Dinadecanoat (Di C38) für Diglyceride
- Glycerol-Trinadecanoat (Tri C57) für Triglyceride

3 Chemikalien

Sofern nicht anders angegeben, dürfen nur Chemikalien mit anerkannter analytischer Reinheit verwendet werden.

3.1 N-Methyl-N-Trimethylsilyltrifluoracetamid (MSTFA)

3.2 Pyridin, mit höchstens 0,1 % Wasser, über Molekularsieb aufbewahrt

ANMERKUNG Pyridin (Silylierungsqualität) (3.10) kann ebenfalls verwendet werden.

3.3 Tetrahydrofuran (THF)

3.4 n-Heptan

3.5 Glycerin

3.6 1,2,4-Butantriol

3.7 1-Glyceryl-Mononadecanoat (Mono C19) ¹⁾

3.8 1,3-Glyceryl-Dinonadecanoat (Di C38) ²⁾

3.9 Glyceryl-Trinonadecanoat (Tri C57) ³⁾

3.10 Pyridin, Silylierungsqualität

4 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere folgende Geräte:

4.1 Gaschromatograph, der mit einem on-column-Injektor oder einem gleichwertigen Injektor ausgerüstet ist, ein temperierbarer Ofen und ein Flammenionisationsdetektor (FID)

4.2 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.

4.3 Messkolben, Fassungsvermögen 50 ml

4.4 Messkolben, Fassungsvermögen 20 ml

4.5 Messkolben, Fassungsvermögen 10 ml

4.6 Probengläschen, mit Schraubverschluss und polytetrafluorethylen-beschichteten Septen (etwa 10 ml)

4.7 Präzisionspipette, Fassungsvermögen 1 ml

4.8 Mikroliterspritze, Fassungsvermögen 100 µl

4.9 Mikroliterspritze, Fassungsvermögen 500 µl

4.10 Mikroliterspritze, Fassungsvermögen 5 µl oder 10 µl, speziell ausgelegt für die On-column-Injektion

4.11 Messzylinder, Fassungsvermögen 10 ml

4.12 Analytische Waage, mit Fehlergrenzen von $\pm 0,1$ mg

4.13 Trägergas, Wasserstoff oder Helium

4.14 Hilfsgase, wie Luft, Wasserstoff und Stickstoff

1) Mononadecanoat kann bezogen werden von Larodan, Ref. 31-1900-11 (www.larodan.se)

2) 1,3-Glyceryl-Dinonadecanoat kann bezogen werden von Larodan, Ref. 32-1903-8 (www.larodan.se)

3) Trinonadecanoat kann bezogen werden von Larodan, Ref. 33-1900-13 (www.larodan.se), oder von Sigma, Ref. T4632-1G (www.sigmaaldrich.com)