

DIN EN ISO 17678

ICS 67.100.99; 67.200.10

Ersatz für
DIN 10336:1994-09**Milch und Milcherzeugnisse –
Bestimmung der Reinheit des Milchfetts durch gaschromatographische
Triglyceridanalyse (Referenzverfahren) (ISO 17678:2010);
Deutsche Fassung EN ISO 17678:2010**

Milk and milk products –

Determination of milk fat purity by gas chromatographic analysis of triglycerides
(Reference method) (ISO 17678:2010);

German version EN ISO 17678:2010

Lait et produits laitiers –

Détermination de la pureté des matières grasses laitières par analyse chromatographique
en phase gazeuse des triglycérides (Méthode de référence) (ISO 17678:2010);

Version allemande EN ISO 17678:2010

Gesamtumfang 30 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm (EN ISO 17678:2010) fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 302 „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: NEN, Niederlande). Die ihr zugrunde liegende Internationale Norm ISO 17678:2010 wurde vom Unterkomitee SC 5 „Milk and milk products“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) ausgearbeitet.

Aufgrund der Ergebnisse des parallelen Abstimmungsverfahrens wurde ISO 17678:2010 als Europäische Norm EN ISO 17678 übernommen.

Die Mitarbeit des DIN im CEN/TC 302 wird über den DIN-Arbeitsausschuss NA 057-05-13 AA „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 707	siehe DIN EN ISO 707
ISO 1211	siehe DIN EN ISO 1211
ISO 2450	siehe DIN EN ISO 2450
ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 7328	siehe DIN EN ISO 7328

Änderungen

Gegenüber DIN 10336:1994-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Abschnitte Normative Verweisungen, Probenahme und Untersuchungsbericht wurden eingefügt sowie informative Anhänge A bis D aufgenommen;
- b) die Vorbereitung der gepackten Säule (Silanisierung, Füllen und Konditionierung) wird nicht mehr im Abschnitt Durchführung, sondern im informativen Anhang A beschrieben;
- c) die quantitative Bestimmung des Fremdfettes wird im informativen Anhang B beschrieben, der informative Anhang C beinhaltet Angaben zur Messunsicherheit;
- d) im informativen Anhang D werden die Ergebnisse eines internationalen Ringversuches zur Validierung des Verfahrens angegeben;
- e) die Norm wurde technisch und redaktionell überarbeitet und ergänzt und damit an die derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst;
- f) die Literaturhinweise wurden ergänzt.

Frühere Ausgaben

DIN 10336-2: 1979-07
DIN 10336: 1994-09

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 707, *Milch und Milchprodukte — Leitfaden zur Probenahme*

DIN EN ISO 1211, *Milch — Bestimmung des Fettgehaltes — Gravimetrisches Verfahren (Referenzverfahren)*

DIN EN ISO 2450, *Sahne — Bestimmung des Fettgehaltes — Gravimetrisches Verfahren (Referenzverfahren)*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN EN ISO 7328, *Speiseeis und Eis-Mischungen auf Milchbasis — Bestimmung des Fettgehaltes — Gravimetrisches Verfahren (Referenzverfahren)*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Milch und Milcherzeugnisse —
Bestimmung der Reinheit des MilCHFetts durch
gaschromatographische Triglyceridanalyse (Referenzverfahren)
(ISO 17678:2010)

Milk and milk products —
Determination of milk fat purity by gas chromatographic
analysis of triglycerides (Reference method)
(ISO 17678:2010)

Lait et produits laitiers —
Détermination de la pureté des matières grasses laitières
par analyse chromatographique en phase gazeuse des
triglycérides (Méthode de référence)
(ISO 17678:2010)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 13. Februar 2010 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 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 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme	7
8 Durchführung	7
8.1 Vorbereitung der Untersuchungsproben	7
8.2 Herstellung der Fettproben-Lösung	8
8.3 Chromatographische Triglyceridbestimmung	8
9 Integration, Auswertung und Überwachung des analytischen Leistungsverhaltens	11
10 Berechnung und Auswertung	13
10.1 Triglyceridzusammensetzung	13
10.2 S-Werte	14
10.3 Nachweis von Fremdfett	14
11 Präzision	15
11.1 Ringversuch	15
11.2 Wiederholpräzision	15
11.3 Vergleichpräzision	16
12 Untersuchungsbericht	16
Anhang A (normativ) Herstellung der gepackten Säule	17
Anhang B (informativ) Quantitative Bestimmung des Fremdfett-Gehaltes	20
Anhang C (informativ) Messunsicherheit	22
Anhang D (informativ) Ringversuch	23
Literaturhinweise	26

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 17678:2010) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2010 zurückgezogen werden.

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

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 17678:2010 wurde vom CEN als EN ISO 17678:2010 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Referenzverfahren zur Bestimmung der Reinheit von Milchfett durch gaschromatographische Triglyceridanalyse fest. Es können sowohl pflanzliche als auch tierische Fette wie Rindertalg und Schweinefett nachgewiesen werden. Unter Verwendung festgelegter Triglyceridgleichungen wird die Integrität des Milchfetts bestimmt.

Grundsätzlich gilt das Verfahren für Sammelmilch oder daraus hergestellte Produkte, unabhängig von der Rasse sowie den Fütterungs- oder Laktationsbedingungen. Insbesondere ist das Verfahren auf Fett anwendbar, das aus Milchprodukten extrahiert wurde, die reines Milchfett in unveränderter Zusammensetzung enthalten sollen, wie z. B. Butter, Sahne, Milch und Milchpulver.

Jedoch kann in den nachstehend erwähnten Fällen ein falsch-positives Ergebnis ermittelt werden. Deshalb ist das Verfahren nicht anwendbar auf Milchfett,

- a) das aus anderer Milch als Kuhmilch gewonnen wurde;
- b) das von einzelnen Kühen gewonnen wurde;
- c) das von Kühen gewonnen wurde, die eine außergewöhnlich hohe Fütterung von reinen Pflanzenölen wie Rapsöl erhalten haben;
- d) das aus Kolostrum (Vormilch) gewonnen wurde;
- e) das einer technologischen Behandlung unterzogen wurde, wie z. B. dem Entfernen von Cholesterol oder einer Fraktionierung;
- f) das aus Magermilch oder Buttermilch gewonnen wurde;
- g) das mit Verfahren nach Gerber, Weibull-Berntrop oder Schmid-Bondzynski-Ratzlaff extrahiert wurde oder das mittels Detergenzien isoliert wurde [z. B. Bureau of Dairy Industries (BDI)-Verfahren].

Mit den in g) festgelegten Extraktionsverfahren können beträchtliche Mengen von Partialglyceriden oder Phospholipiden in die Fettphase übertreten. Folglich werden bestimmte Produkte und insbesondere Käse, dessen Reifungsprozess die Fettzusammensetzung zusätzlich derartig beeinflussen kann, dass ein falsch-positives Ergebnis erhalten wird, aus dem Anwendungsbereich dieser Internationalen Norm ausgeschlossen.

ANMERKUNG 1 In der Natur kommt Buttersäure (*n*-Butansäure) (C4) ausschließlich im Milchfett vor und ermöglicht quantitative Abschätzungen von geringen bis mittleren Anteilen von Milchfett in pflanzlichen und tierischen Fetten. Allerdings ist es aufgrund der großen Schwankungen von C4, deren ungefähre Gehalt von etwa 3,1 % Massenanteil bis 3,8 % Massenanteil reicht, schwierig, qualitative und quantitative Aussagen für einen Massenanteil von bis zu 20 % Fremdfett in reinem Milchfett zu treffen [11].

ANMERKUNG 2 Quantitative Ergebnisse können in der Praxis nicht über den Sterolgehalt der Pflanzenfette erhalten werden, da dieser von den Herstellungs- und Verarbeitungsbedingungen abhängig ist. Darüber hinaus ist die qualitative Bestimmung von Fremdfett mittels Sterolen nicht eindeutig.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

ISO 1211|IDF 1, *Milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)*

ISO 2450|IDF 16, *Cream — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 7328|IDF 116, *Milk-based edible ices and ice mixes — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Reinheit des Milchfetts

Nichtvorhandensein von pflanzlichen und tierischen Fetten, bestimmt nach dem in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahren

ANMERKUNG Die Reinheit wird mittels *S*-Werten bestimmt, die aus dem Gehalt der Triglyceride berechnet werden. Die Massenanteile der Triglyceride werden in Prozent angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Das aus der Milch oder aus Milchprodukten extrahierte Fett wird gaschromatographisch (GC) mit einer gepackten Säule oder einer kurzen Kapillarsäule untersucht, um die Triglyceride (TG), getrennt nach Gesamtkohlenstoffzahlen, zu bestimmen. Durch Einsetzen der prozentualen Massenanteile der verschiedenen großen Fettmoleküle (C24 bis C54, wobei nur die geraden C-Zahlen verwendet werden) in geeignete TG-Gleichungen werden *S*-Werte berechnet. Falls die *S*-Werte außerhalb der für reines Milchfett aufgestellten Grenzwerte liegen, ist die Zugabe von Fremdfett nachgewiesen.

ANMERKUNG 1 Die Eignung und die Gleichwertigkeit von gepackten Säulen und Kapillarsäulen wurden bereits nachgewiesen ([8] bis [10]).

ANMERKUNG 2 Ein *S*-Wert ist die Summe von gewichteten TG-Massenanteilen.

5 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, sind für die Untersuchung nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden.

5.1 Wasser, entsprechend den Anforderungen von ISO 3696, Qualität 2.

5.2 Trägergas, Stickstoff oder wahlweise Helium oder Wasserstoff, jeweils mit einem Reinheitsgrad von mindestens 99,995 % Volumenanteil.

5.3 Fett-Standards, Reinheitsgrad mindestens 99 % Massenanteil, zum Standardisieren eines Milchfett-Standards wie in 8.3.3 beschrieben.

5.3.1 Triglycerid-Standards, gesättigt; geeignete Produkte sind im Handel erhältlich.

5.3.2 Cholesterol-Standard.

5.4 Methanol (CH₃OH), mit einem Wassergehalt von höchstens 0,05 % Massenanteil.

5.5 *n*-Hexan [CH₃(CH₂)₄CH₃].

5.6 *n*-Heptan [CH₃(CH₂)₅CH₃].

5.7 Andere Gase, Wasserstoff, Reinheit mindestens 99,995 % Volumenanteil, frei von organischen Verunreinigungen (C_nH_m < 1 µl/l), synthetische Luft, frei von organischen Verunreinigungen (C_nH_m < 1 µl/l).

5.8 Wasserfreies Natriumsulfat (Na₂SO₄).