

DIN EN ISO 8292-1

ICS 67.200.10

Ersatz für
DIN EN ISO 8292:1995-07

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung des Festanteils von Fett durch das Verfahren mit gepulster
magnetischer Kernresonanz –
Teil 1: Direktes Verfahren (ISO 8292-1:2008);
Deutsche Fassung EN ISO 8292-1:2010**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of solid fat content by pulsed NMR –
Part 1: Direct method (ISO 8292-1:2008);
German version EN ISO 8292-1:2010

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination de la teneur en corps gras solides par RMN pulsée –
Partie 1: Méthode directe (ISO 8292-1:2008);
Version allemande EN ISO 8292-1:2010

Gesamtumfang 31 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 8292-1:2010) enthält unverändert die Internationale Norm ISO 8292-1:2008, die vom Unterkomitee SC 11 „Animal and vegetable fats and oils“ (Sekretariat: BSI, Vereinigtes Königreich) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) erarbeitet wurde.

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für den Bereich des CEN/TC 307 (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) über den „Gemeinschaftsausschuss für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen“ (GA Fett) der Deutschen Gesellschaft für Fettwissenschaft (DGF) und des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

DIN EN ISO 8292 besteht unter dem Titel *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung des Festanteils von Fett durch das Verfahren mit gepulster magnetischer Kernresonanz* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: Direktes Verfahren
- Teil 2: Indirektes Verfahren

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

ISO 661	siehe DIN EN ISO 661
ISO 5555	siehe DIN EN ISO 5555
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 8292-2	siehe DIN EN ISO 8292-2

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 8292:1995-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Norm wurde in zwei Teile unterteilt: Teil 1 für die Bestimmung des Festanteils mittels direktem Verfahren und Teil 2 für die Bestimmung des Festanteils mittels indirektem Verfahren;
- b) der Anwendungsbereich wurde auf ein direktes Verfahren zur Bestimmung des Festanteils von tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen mittels gepulster magnetischer Kernresonanz (en: nuclear magnetic resonance, NMR) festgelegt;
- c) Begriff „Festanteil von Fett“ (siehe 3.1) wurde überarbeitet; darüber hinaus sind weitere Begriffe definiert worden;
- d) der Abschnitt „Symbole“ wurde ergänzt;
- e) die „Kurzbeschreibung“ wurde wesentlich detaillierter dargestellt;
- f) der Abschnitt „Material“ wurde gestrichen;
- g) Anforderungen an die zu verwendenden Messgeräte wurden überarbeitet;

- h) der Abschnitt „Durchführung“ wurde grundlegend überarbeitet; z. B.:
- Abschnitt „Thermische Vorbehandlung“ wurde ersetzt durch den Abschnitt „Messprotokoll und Untersuchungsprobe“ (8.2);
 - der Abschnitt „Wärmeschränk, Wasserbäder und temperaturgeregelte Blöcke“ (8.2) wurde ergänzt;
 - Bestimmung des Umrechnungsfaktors (8.3) wurde ergänzt;
 - ein Abschnitt (8.4) zu Anforderungen an das NMR-Spektrometer sowie dessen Bedienung wurde ergänzt;
- i) der Abschnitt 9 „Auswertung“ wurde ergänzt;
- j) im Abschnitt „Untersuchungsbericht“ wurden alle Elemente, die der Bericht enthalten soll, aufgelistet;
- k) ein informativer Anhang A zu den Ergebnissen der Ringversuche wurde ergänzt;
- l) ein informativer Anhang B zur Theorie des direkten Verfahrens wurde ergänzt;
- m) ein informativer Anhang C für Beispiele zu zusätzlichen Messprotokollen wurde ergänzt;
- n) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 8292:1995-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 661, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Vorbereitung der Untersuchungsprobe*

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

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 Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN EN ISO 8292-2, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung des Fettanteils durch das Verfahren mit gepulster magnetischer Kernresonanz — Teil 2: Indirektes Verfahren*

Deutsche Fassung

Tierische und pflanzliche Fette und Öle —
Bestimmung des Festanteils von Fett durch das Verfahren mit
gepulster magnetischer Kernresonanz —
Teil 1: Direktes Verfahren
(ISO 8292-1:2008)

Animal and vegetable fats and oils —
Determination of solid fat content by pulsed NMR —
Part 1: Direct method
(ISO 8292-1:2008)

Corps gras d'origines animale et végétale —
Détermination de la teneur en corps gras solides par RMN
pulsée —
Partie 1: Méthode directe
(ISO 8292-1:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. März 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	4
4 Symbole und Abkürzungen	5
5 Kurzbeschreibung	5
6 Geräte.....	6
7 Probenahme	8
8 Verfahren	8
9 Auswertung	14
10 Präzision	14
11 Untersuchungsbericht	15
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche.....	16
Anhang B (informativ) Theorie des direkten Verfahrens.....	24
Anhang C (informativ) Zusätzliche Messprotokolle.....	26
Literaturhinweise	27

Vorwort

Der Text von ISO 8292-1:2008 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 8292-1:2010 durch das Technische Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ übernommen, 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 Oktober 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2010 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 ISO 8292:1995.

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 8292-1:2008 wurde vom CEN als EN ISO 8292-1:2010 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 8292 legt ein direktes Verfahren zur Bestimmung des Festanteils von tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen (nachfolgend als „Fette“ bezeichnet) mittels gepulster magnetischer Kernresonanz (en: nuclear magnetic resonance, NMR) mit niedriger Auflösung fest.

Zwei alternative thermische Vorbehandlungen sind festgelegt: eine allgemeine Anwendung für Fette, die keine ausgeprägte Polymorphie aufweisen und die in der β' -Polymorphie kristallisieren; und eine für kakaobutterähnliche Fette, die eine ausgeprägte Polymorphie aufweisen und die in der β -Polymorphie kristallisieren. Zusätzliche thermische Vorbehandlungen, die für bestimmte Zwecke geeigneter sein können, sind in einem informativen Anhang angegeben.

Das direkte Verfahren ist einfach durchzuführen und reproduzierbar, aber es ist wegen des ungefähren Berechnungsverfahrens nicht so genau wie das indirekte Verfahren.

ANMERKUNG Ein indirektes Verfahren ist in ISO 8292-2 festgelegt.

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 661, *Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample*

ISO 8292-2, *Animal and vegetable fats and oils — Determination of solid fat content by pulsed NMR — Part 2: Indirect method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Festanteil von Fett

SFC (en: solid fat content)

Prozentuales Verhältnis der Anzahl der Protonen in der festen Phase und der Anzahl der Protonen in der festen und flüssigen Phase bei einer festgelegten Temperatur

ANMERKUNG Der auf dieser Grundlage angegebene SFC wird als numerisch gleichwertig zum Massenanteil in Prozent von Fett im festen Zustand angesehen. Für die unterschiedlichen Dichten der Protonen in der festen und flüssigen Phase wird keine Korrektur vorgenommen, weil das eine genaue Kenntnis der Zusammensetzung der festen und flüssigen Phasen der Fettgemische bei jeder Temperatur erfordert. Das bedeutet ohne Beachtung anderer systematischer Fehler, dass die mit diesem Verfahren ermittelten SFC-Werte etwa 0,5 % bis 1,0 % höher sind als der tatsächliche Massenanteil in Prozent des festen Fetts.

3.2

Flüssiganteil von Fett

Massenanteil in Prozent von Fett im flüssigen Zustand bei einer festgelegten Temperatur

ANMERKUNG Der Flüssigfettgehalt ist gleich $100 - w_{\text{SFC}}$, dabei ist w_{SFC} der Festanteil von Fett.

3.3

Temperierung

thermische Behandlung des Fetts, nach der Kristallisation und vor der Gleichgewichtseinstellung bei der Messtemperatur, die aus dem Halten des Fetts bei einer festgelegten Temperatur für eine bestimmte Zeit besteht, um das Fett zu einer gewünschten Polymorphie umzuwandeln und/oder um sicherzustellen, dass die gewünschte Gleichgewichtsphase erreicht wurde und/oder um sicherzustellen, dass die Kristallisation beendet ist

3.4

Messtemperatur

Temperatur, bei der der Festanteil von Fett bestimmt wird

3.5

Wiederholungszeit

Intervall zwischen aufeinanderfolgenden Impulsen

3.6

Totzeit

Zeit, in der das Empfangsinstrument außerstande ist, das Abfallsignal aufzuzeichnen

ANMERKUNG Die Totzeit ist üblicherweise weniger als 10 μ s nach dem Impuls.

3.7

Messprotokoll

vollständige Beschreibung der Bestimmung des Festanteils von Fett unter Angabe der Handhabung, der Bedingungen für die Geräte, Verfahren, Temperierung und ob die Messungen seriell oder parallel erfolgen

ANMERKUNG Messprotokolle sind in Tabelle 1 und Anhang C aufgeführt.

4 Symbole und Abkürzungen

f	Umrechnungsfaktor (Extrapolationsfaktor) zur Korrektur des bei 11 μ s erhaltenen NMR-Signals auf das zum Zeitpunkt Null
n_p	Anzahl der Impulse
S_1	bei etwa 11 μ s gemessenes Magnetisierungsabfall-Signal
S_2	bei etwa 70 μ s gemessenes Magnetisierungsabfall-Signal
SFC	Festanteil von Fett
S_L	Magnetisierungsabfall-Signal entsprechend der flüssigen Phase
S_S	Magnetisierungsabfall-Signal entsprechend der festen Phase
S_{S+L}	Magnetisierungsabfall-Signal entsprechend sowohl der festen Phase als auch der flüssigen Phase
t_{rep}	Wiederholungszeit
$w_{SFC,i}$	„tatsächlicher“ SFC (gemessen nach ISO 8292-2)
$w_{SFC,T}$	SFC zu einer Messtemperatur, T

5 Kurzbeschreibung

Die Probe wird bis zu einem stabilen Zustand bei einer festgelegten Temperatur temperiert und dann auf Messtemperatur erwärmt und bei dieser stabilisiert. Wenn nicht anders festgelegt, können die Messtemperaturen eine einzelne oder alle sein von: 0 °C; 5 °C; 10 °C; 15 °C; 20 °C; 25 °C; 27,5 °C; 30 °C; 32,5 °C; 35 °C; 37,5 °C; 40 °C; 45 °C; 50 °C; 55 °C; 60 °C.

Nach dem elektromagnetischen Gleichgewicht im statischen Magnetfeld des NMR-Spektrometers und Anlegen eines 90°-Hochfrequenzimpulses werden die Magnetisierungsabfall-Signale von den Protonen in den festen und flüssigen Phasen bei etwa 11 μ s und etwa 70 μ s (oder bei vom Hersteller des Spektrometers empfohlenen Zeiten, siehe 6.1) aufgezeichnet. Der SFC wird anschließend berechnet.

Die Messungen dürfen seriell (hintereinander) oder parallel durchgeführt werden.

Wenn die Messungen seriell durchgeführt werden, wird ein Röhrchen von jeder Untersuchungsprobe gefüllt. Nach dem Temperieren, soweit erforderlich, und dem Halten bei 0 °C wird das Messröhrchen auf die erste Messtemperatur gebracht, bei dieser für die festgelegte Zeit gehalten, der SFC gemessen, und es wird anschließend auf die zweite Messtemperatur gebracht usw. Deshalb ist nur ein Röhrchen für alle Untersuchungsproben erforderlich, unabhängig davon, wie viele Messtemperaturen angewendet werden. Jedoch hängt der aufgezeichnete SFC bei einer vorgegebenen Messtemperatur von den vorhergehenden Messtemperaturen und -zeiten ab.

Bei parallelen Messungen werden so viele Messröhrchen von jeder Untersuchungsprobe gefüllt, wie Messtemperaturen vorhanden sind. Nach dem Temperieren, soweit erforderlich, und dem Halten bei 0 °C wird jedes Messröhrchen mehr oder weniger gleichzeitig auf die geforderte Messtemperatur gebracht und bei dieser für die festgelegte Zeit gehalten, bevor der SFC gemessen wird.

Obwohl bei der parallelen Messung mehr Röhrchen als bei der seriellen erforderlich sind, ist jede $w_{\text{SFC},T}$ -Bestimmung unabhängig von den anderen Bestimmungen. Nebenbei wird die Gesamtzeit für die Messungen signifikant verkürzt.

BEISPIEL Bei einer Haltezeit von 90 min bei 0 °C und Haltezeiten von 60 min bei Messtemperaturen von 10 °C, 20 °C, 30 °C und 40 °C würde die serielle Messung 5,5 h dauern, während die parallele Messung 2,5 h dauern würde.

6 Geräte

6.1 Magnetisches Impuls-Kernresonanzgerät, niedrige Auflösung

Das NMR-Spektrometer muss Folgendes aufweisen:

- a) Magnet mit ausreichend gleichmäßigem Magnetfeld, um sicherzustellen, dass die halbe Magnetisierungszeit einer Referenzprobe aus flüssigem Fett über 1 000 μs liegt;
- b) Messgröße Totzeit zuzüglich Impulsbreite (Anregungszeit) kleiner als 10 μs ;
- c) Mikroschalter im Messkopf, der bei Einsetzen der Messröhrchen (6.2.1) automatisch die Messung startet;
- d) einstellbare Zeit für die Wiederholung der Messung;
- e) 10-mm-Messzelle/-kopf für die Messröhrchen, die/der bei 40 °C temperaturgeregt ist.

Für genaue Zeiten des Magnetisierungsabfall-Signals ist auf die Anweisungen des Herstellers des Spektrometers zu verweisen; diese liegen üblicherweise bei etwa 11 μs und etwa 70 μs und sollten vom Anwender nicht geändert werden.

Vorzugsweise sollte ein Computer in das Gerät eingebaut sein, der automatisch die geforderten Messungen durchführt, die erforderlichen Berechnungen ausführt und die Ergebnisse direkt auf dem Computerbildschirm oder einem anderen Display angibt.