

DIN EN 14104

ICS 67.200.10

Entwurf

Einsprüche bis 2020-03-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14104:2003-10

**Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen –
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Bestimmung der Säurezahl;
Deutsche und Englische Fassung prEN 14104:2020**

Fat and oil derivatives –
Fatty acid methyl ester (FAME) –
Determination of acid value;
German and English version prEN 14104:2020

Produits dérivés des corps gras –
Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) –
Détermination de l'indice d'acide;
Version allemande et anglaise prEN 14104:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-01-24 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49, Überseering 40, 22297 Hamburg.

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

Gesamtumfang 25 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14104:2020) 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.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-42 AA „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14104:2003-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 5 „Chemikalien“ zur Klarstellung überarbeitet;
- b) automatisiertes Titrationssystem inklusive optischem Detektor als Alternative hinzugefügt;
- c) Dokument redaktionell überarbeitet.

Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen — Fettsäure-Methylester (FAME) — Bestimmung der Säurezahl

Produits dérivés des corps gras — Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) — Détermination de l'indice d'acide

Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl ester (FAME) — Determination of acid value

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung.....	5
5 Chemikalien	6
5.8.1 Herstellung der Lösung	6
5.8.2 Kontrolle der Konzentration in der Lösung	7
6 Prüfgeräte.....	7
7 Probenahme.....	8
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe.....	8
9 Durchführung	8
9.1 Probenanteil	8
9.2 Bestimmung.....	8
10 Berechnung	8
11 Präzision	9
11.1 Ringversuch	9
11.2 Wiederholbarkeit.....	9
11.3 Vergleichbarkeit.....	9
12 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuches.....	10
Literaturhinweise	11

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14104:2020) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14104:2003 ersetzen.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 5 „Chemikalien“ wurde zur Konkretisierung überarbeitet;
- b) ein automatisches Titrationssystem einschließlich optischer Detektion wurde als Alternative ergänzt;
- c) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Dieses Dokument wurde im Rahmen des Mandates M/245 zu Fettsäure-Methylester (FAME) erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone CEN erteilt haben.

Einleitung

Dieses Dokument beruht auf EN ISO 660 [1], die speziell in Bezug auf die Bestimmung der Säurezahl von Fettsäure-Methylestern (FAME) angepasst wurde.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein titrimetrisches Verfahren zur Bestimmung der Säurezahl von schwach gefärbten Fettsäure-Methylestern, nachstehend als FAME bezeichnet, fest.

Es ermöglicht die Bestimmung der Säurezahl im Bereich von 0,10 mg KOH/g bis 1,00 mg KOH/g.

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

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 dieser Norm geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und die Geltung weiterer diesbezüglicher Auflagen zu prüfen.

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 661, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Vorbereitung der Untersuchungsprobe (ISO 661:2003)*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

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

3.1

Säurezahl

Menge an Kaliumhydroxid in Milligramm, die erforderlich ist, um die in 1 g FAME vorhandenen freien Fettsäuren zu neutralisieren, bestimmt nach dem in diesem Dokument festgelegten Verfahren

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Säurezahl wird in Milligramm Kaliumhydroxid je Gramm Probe angegeben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Enthält die Probe Mineralsäuren, so werden diese als Teil der Gesamtsäurezahl bestimmt. Dieses Verfahren erlaubt keine Unterscheidung zwischen schwacher (aus freien Fettsäuren) und starker (aus Mineralsäuren, falls vorhanden) Acidität.

4 Kurzbeschreibung

Ein Probenanteil wird in einem geeigneten Lösemittelgemisch gelöst und mit einer Kaliumhydroxid-Standardlösung titriert, wobei zur Ermittlung des Endpunkts der Titration Phenolphthalein verwendet wird.

5 Chemikalien

Es sind ausschließlich Chemikalien anerkannter analytischer Reinheit und Wasser der Qualität 3 nach EN ISO 3696 zu verwenden.

5.1 Toluol.

5.2 Isopropanol.

5.3 Lösemittel A für Lösemittelgemisch (5.5), **Ethanol**, Reinheit 95 % (V/V) bis 97 % (V/V).

5.4 Lösemittel B für Lösemittelgemisch (5.5), **Diethylether**, peroxidfrei, stabilisiert mit Butylhydroxytoluol (BHT).

5.5 Lösemittelgemisch, Gemisch aus gleichen Volumina von Lösemittel A (5.3) und Lösemittel B (5.4).

Unmittelbar vor der Verwendung wird durch Zugabe der Kaliumhydroxid-Lösung (5.2) in Gegenwart von 0,3 ml alkoholischer Phenolphthalein-Lösung (5.9) je 100 ml Lösemittelgemisch neutralisiert.

Falls die Verwendung von Diethylether nicht möglich ist, darf ein Lösemittelgemisch wie folgt verwendet werden:

- Toluol (5.1) und Ethanol (5.3), 1 + 1-Gemisch, auf das Volumen bezogen;
- Toluol (5.1) und Isopropanol (5.2), 1 + 1-Gemisch, auf das Volumen bezogen.

Das Lösemittelgemisch kann durch Isopropanol (5.2) ersetzt werden.

ANMERKUNG Bei dunkel gefärbten Proben können größere Volumina an Lösemittelgemisch und Indikator notwendig sein.

5.6 Phthalsäure, Monokaliumsalz, (> 99,5 %) 2 h bei 120 °C in einem Wärmeschrank belassen und vor dem Gebrauch in einem Exsikkator abgekühlt, Qualität eines Primärstandards (einer Ursubstanz).

5.7 Benzoesäure, (> 99,5 %) ist vor dem Gebrauch durch vorsichtiges Schmelzen in einem Platintiegel bei etwa 130 °C zu trocknen, anschließend in einem Mörser zu pulverisieren. Wird bis zum Gebrauch in einem Exsikkator aufbewahrt, Qualität eines Primärstandards.

5.8 Kaliumhydroxid, Standardmaßlösung in Ethanol.

$$c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$$

Die ethanolische Kaliumhydroxid-Lösung kann durch wässrige Kalium- oder Natriumhydroxid-Lösung ersetzt werden, jedoch nur, wenn das Volumen des eingebrachten Wassers während der Titration nicht zu einer Phasentrennung führt.

Anstelle von Ethanol kann Isopropanol verwendet werden.

5.8.1 Herstellung der Lösung

Etwa 6,6 g Kaliumhydroxid-Plättchen werden in Ethanol gelöst; die Lösung wird mit dem gleichen Lösemittel auf 1 000 ml aufgefüllt.

Das gleiche Verfahren kann angewendet werden, wenn Wasser anstelle von Alkohol verwendet wird.