

DIN EN 14112

ICS 67.200.10

Einsprüche bis 2014-08-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14112:2003-10

Entwurf

**Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen –
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Bestimmung der Oxidationsstabilität
(Beschleunigte Oxidationsprüfung);
Deutsche Fassung prEN 14112:2014**

Fat and oil derivatives –
Fatty Acid Methyl Esters (FAME) –
Determination of oxidation stability (accelerated oxidation test);
German version prEN 14112:2014

Produits dérivés des corps gras –
Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) –
Détermination de la stabilité à l'oxydation (Test d'oxydation accélérée);
Version allemande prEN 14112:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-06-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme 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 (Hausanschrift: 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 21 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14112:2014) 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 (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-32-01 UA „Prüfung von FAME“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14112:2003-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Einschränkung des Anwendungsbereiches des Verfahrens auf eine maximale Induktionszeit von 48 h, die den Präzisionsbereich des Verfahrens widerspiegelt;
- b) die Angabe einer möglichen Änderung der Induktionszeit in Gegenwart von Zündwilligkeitsverbesserern;
- c) redaktionelle Überarbeitung zum verbesserten Verständnis des Prüfverfahrens;
- d) Abschnitt 2 — „Normative Verweisungen“ hinzugefügt;
- e) Abschnitt 11 — „Auswertung“ hinzugefügt;
- f) Hintergrundinformationen zum Verfahren wurden als Anhang A hinzugefügt.

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

*Produits dérivés des corps gras — Esters méthyliques d'acides gras — Détermination de la stabilité à l'oxydation
(Test d'oxydation accélérée)*

*Fat and oil derivatives — Fatty Acid Methyl Esters (FAME) — Determination of oxidation stability
(accelerated oxidation test)*

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien und Hilfsmittel	6
6 Geräte	6
7 Probenahme	8
8 Vorbereitung der Messung	8
8.1 Probenvorbereitung	8
8.2 Vorbereitung der Apparatur	8
8.2.1 Reinigungsverfahren	8
8.2.2 Temperaturkorrektur	9
9 Messung	10
10 Berechnung und Auswertung	12
10.1 Automatische Auswertung	12
10.2 Manuelle Auswertung	14
11 Angabe der Ergebnisse	15
12 Präzision	15
12.1 Allgemeines	15
12.2 Wiederholbarkeit, r	15
12.3 Vergleichbarkeit, R	15
13 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Hintergrund des Verfahrens	17
Anhang B (informativ) Ergebnisse eines Ringversuchs	18
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14112:2014) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14112:2003 ersetzen.

Gegenüber EN 14112:2003 wurden folgende signifikanten Änderungen vorgenommen:

- a) die Einschränkung des Anwendungsbereiches des Verfahrens auf eine maximale Induktionszeit von 48 h, die den Präzisionsbereich des Verfahrens widerspiegelt;
- b) die Angabe einer möglichen Änderung der Induktionszeit in Gegenwart von Zündwilligkeitsverbesserern;
- c) redaktionelle Überarbeitung zum verbesserten Verständnis des Prüfverfahrens;
- d) Abschnitt 2 — „Normative Verweisungen“ hinzugefügt;
- e) Abschnitt 11 — „Auswertung“ hinzugefügt;
- f) Hintergrundinformationen zum Verfahren wurden als Anhang A hinzugefügt.

Einleitung

Dieses Dokument basiert auf EN 14112:2003, die speziell auf die Bestimmung der Oxidationsstabilität von Fettsäuremethylestern (FAME) angepasst wurde. Dieses Verfahren wurde vom CEN/TC 307 (Fette und Öle) entwickelt.

Die Modifikationen, wie in diesem Dokument angegeben, behandeln den Erfahrungsbereich in Bezug auf dieses Verfahren, seit es als ein Standard-Prüfverfahren eingesetzt wird. Die redaktionelle Überarbeitung erfolgte, um einige Aspekte der Prüfung festzulegen. Zusätzlich wurde das Reinigungsverfahren auf der Grundlage des Erfahrungsbereichs modifiziert.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Fettsäure-Methylestern (FAME) bei 110 °C mittels Messung der Induktionszeit bis zu 48 h fest.

ANMERKUNG 1 EN 15751 [1] beschreibt ein ähnliches Prüfverfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von reinen Fettsäuremethylestern und von Mischungen von FAME mit aus Erdöl hergestelltem Dieselmotorkraftstoff, die mindestens 2 % (V/V) FAME enthalten.

ANMERKUNG 2 Die angegebene Präzision dieses Prüfverfahrens wurde in einem Ringversuch mit Induktionszeiten bis zu 8,5 h bestimmt, das deckt den Grenzwert in EN 14214 ab. Die Ergebnisse aus Untersuchungen zur Präzision in EN 15751 zeigten, dass die angegebene Präzision für Induktionszeiten bis zu 48 h gültig ist, jedoch nicht bei höheren Werten.

ANMERKUNG 3 Begrenzte Untersuchungen in EN 15751 mit EHN (2-Ethylhexylnitrat) an FAME-Mischungen wiesen darauf hin, dass sich die Stabilität auf ein Maß innerhalb der Vergleichpräzision dieses Prüfverfahrens verringert. Es ist wahrscheinlich, dass die Oxidationsstabilität von reinen Fettsäuremethylestern in Gegenwart von EHN ebenfalls reduziert wird, sofern EN 14112 zur Prüfung angewendet wird.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170)*

EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen (ISO 3171)*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696)*

EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Induktionszeit

Zeit zwischen dem Beginn der Messung und dem Zeitpunkt, an dem die Bildung von Oxidationsprodukten schnell zuzunehmen beginnt

3.2

Oxidationsstabilität

Induktionszeit, die nach dem Verfahren dieser Europäischen Norm bestimmt wurde, angegeben in Stunden

4 Kurzbeschreibung

Durch die auf eine bestimmte Temperatur, 110 °C bei der üblichen Anwendung des Verfahrens, aufgeheizte Probe wird ein gereinigter (getrockneter) Luftstrom geleitet. Während des Oxidationsprozesses werden leichtflüchtige Bestandteile freigesetzt. Diese werden zusammen mit dem durchgeleiteten Luftstrom in eine Messzelle mit entmineralisiertem oder destilliertem Wasser überführt, die eine Elektrode zur Messung der Leitfähigkeit enthält. Die Elektrode ist mit einer Mess- und Aufzeichnungseinrichtung verbunden. Sie zeigt das Ende der Induktionszeit durch einen schnellen Anstieg der Leitfähigkeit an, der durch die Dissoziation flüchtiger Carbonsäuren verursacht wird, die während des Oxidationsprozesses erzeugt und im Wasser absorbiert werden. Weitere Angaben zum Prüfverfahren siehe Anhang A.