

DIN EN ISO 12872



ICS 67.200.10

Entwurf

Einsprüche bis 2022-05-11
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 12872:2014-07

**Olivenöle und Oliventresteröle –
Bestimmung des Gehalts an 2-Glycerolmonopalmitat
(ISO/DIS 12872:2022);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 12872:2022**

Olive oils and olive-pomace oils –
Determination of the 2-glycerol monopalmitate content (ISO/DIS 12872:2022);
German and English version prEN ISO 12872:2022

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive –
Détermination de la teneur en 2-glycérol monopalmitate (ISO/DIS 12872:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO 12872:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-03-11 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 nal@din.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 DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 12872:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem 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.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-05 AA „Gemeinschaftsausschuss von DIN und DGF für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen (GA Fett)“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

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.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 661	siehe	DIN EN ISO 661
ISO 835	siehe	DIN EN ISO 835
ISO 4788	siehe	DIN EN ISO 4788
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 12872:2014-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Elutionsmittel 2 (n-Hexan-Diethylether-Gemisch) unter 5.17 aufgenommen;
- b) Tabelle B.2 — Statistische Ergebnisse (Ergebnisse, die entweder mit n-Hexan oder Iso-Oktan erzielt wurden) wurde neu aufgenommen;
- c) Norm redaktionell überarbeitet und an die derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 835, *Laborgeräte aus Glas — Messpipetten*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder*

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*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 12872:2022-04

– Leerseite –

**Olivenöle und Oliventresteröle – Bestimmung des Gehalts an
2-Glycerylmonopalmitat (ISO/DIS 12872:2022)**

Olive oils and olive-pomace oils – Determination of the 2-glyceryl monopalmitate content
(ISO/DIS 12872:2022)

Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive – Détermination de la teneur en 2-glycéryl monopalmitate
(ISO/DIS 12872:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
6 Geräte	8
7 Probenahme	9
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	9
9 Durchführung	10
9.1 Vorbereitung	10
9.2 Säulenchromatographie	10
9.2.1 Herkömmliche Durchführung	10
9.2.2 Durchführung bei Einsatz von gebrauchsfertigen Kieselgel-SPE-Kartuschen	11
9.3 Hydrolyse mit Pankreaslipase	11
9.4 Herstellung der silylierten Derivate und Vorbereitung der Gaschromatographie	11
9.5 Gaschromatographie	11
9.5.1 Betriebsbedingungen	11
9.5.2 Identifizierung der Peaks	12
9.5.3 Quantitative Bestimmung	12
10 Angabe der Ergebnisse	12
11 Präzision	12
11.1 Ringversuch	12
11.2 Wiederholpräzision	12
11.3 Vergleichpräzision	12
12 Untersuchungsbericht	12
Anhang A (informativ) Chromatogramme	14
Anhang B (informativ) Ergebnisse eines Ringversuchs	17
Anhang C (informativ) Herstellung und Aktivität der Lipase	19
C.1 Zusätzliche Reagenzien	19
C.2 Herstellung der Lipase	19
C.3 Überprüfung der Lipaseaktivität	19
Literaturhinweise	21

Bilder

Bild A.1 — Chromatogramm der Produkte der Silylierungsreaktion, die durch Lipaseeinwirkung auf ein raffiniertes Olivenöl gewonnen wurden, dem 20 % (Volumenanteil) verestertes Öl zugesetzt wurden	14
Bild A.2 — Echtes Olivenöl nach der Einwirkung von Lipase und nach Silylierung	15
Bild A.3 — Verestertes Öl nach der Einwirkung von Lipase und nach Silylierung	16

Tabellen

Tabelle B.1 — Statistische Ergebnisse	17
---	----

Tabelle B.2 — Statistische Ergebnisse	18
--	-----------

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 12872:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem 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 parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 12872:2014 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 12872:2022 wurde von CEN als prEN ISO 12872:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nichtstaatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees besteht in dem Erarbeiten von Internationalen Normen. Die von den Technischen Komitees angenommenen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedsorganisationen zur Umfrage zur Verfügung gestellt. Für eine Veröffentlichung als Internationale Norm wird eine Zustimmung von mindestens 75 % der Mitgliedsländer, die abgestimmt haben, benötigt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 12872 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 11, *Animal and vegetable fats and oils*, erarbeitet.

Einleitung

Als Teil des *Trade standard applying to olive oils and olive-pomace oils* veröffentlichte der Internationale Olivenölrat (IOC, International Olive Council) das Dokument COI/T.20/Doc. 23:2006 [6]. Dieses Dokument COI/T.20/Doc. 23 galt für Olivenöle und Oliventresteröle und wurde angewendet, um zwischen nativen Lampantölen und rohen Oliventresterölen zu unterscheiden. Oliventrester ist der pastöse Rückstand, der nach dem Pressen oder Zentrifugieren noch verschiedene Mengen an Wasser und Öl enthält.

Im Jahr 2008 legte der IOC das Dokument dem ISO/TC 34/SC 11 zur Übernahme als Internationale Norm vor.

2017 veröffentlichte der IOC eine Überarbeitung des Dokuments COI/T.20/Doc. Nr. 23 (Rev.1) und dieses überarbeitete ISO-Dokument ist eine Übernahme des überarbeiteten IOC-Verfahrens.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren fest zur Bestimmung des Gehalts, als Massenanteil in Prozent, an 2-Glycerinmonopalmitat in Olivenölen und Oliventresterölen, die bei Umgebungstemperatur (20 °C) flüssig sind.

ANMERKUNG Diese Internationale Norm basiert auf COI/T.20/Doc. Nr. 23/Rev.1:2017 [6].

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).

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

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 <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Gehalt an 2-Glycerinmonopalmitat

Massenanteil von 2-Glycerinmonopalmitat in der Monoacylglycerol-Fraktion, bestimmt nach dem in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahren

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Gehalt an 2-Glycerinmonopalmitat wird als prozentualer Anteil angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Das entsprechend hergestellte Öl wird der Einwirkung der Pankreaslipase ausgesetzt. Es findet eine partielle Hydrolyse statt, die für die Positionen 1 und 3 des Triacylglycerolmoleküls spezifisch ist und als Reaktionsprodukte 2-Monoacylglycerole ergibt. Der prozentuale Anteil von 2-Glycerinmonopalmitat in der Monoacylglycerol-Fraktion wird nach Silylierung durch Kapillargaschromatographie bestimmt.

5 Reagenzien

WARNUNG — Die örtlichen Vorschriften, in denen die Handhabung von Gefahrstoffen festgelegt wird, sind zu beachten. Maßnahmen hinsichtlich der technischen, organisatorischen und persönlichen Sicherheit sind einzuhalten.

Sofern nicht anders festgelegt, sind während der Analyse nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität sowie destilliertes oder entmineralisiertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

5.1 Kieselgel, mit einer Korngröße zwischen 0,063 mm und 0,200 mm (70/280 Mesh), wird wie folgt vorbereitet: das Kieselgel ist in eine Porzellanschale zu geben, in einem Ofen bei 160 °C für 4 h zu trocknen und anschließend im Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen. Ein 5 % der Kieselgelmasse entsprechendes Volumen Wasser ist wie folgt zuzugeben: 152 g Kieselgel werden in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben

eingewogen, 8 g Wasser werden hinzugegeben, der Kolben wird verschlossen und es wird sorgfältig homogenisiert. Vor der Verwendung wird mindestens 12 h absetzen gelassen.

5.2 *n*-Hexan, Reinheitsgrad für die Chromatographie.

ANMERKUNG Hexan darf durch Isooctan (2,2,4-Trimethylpentan mit Reinheitsgrad für die Chromatographie) ersetzt werden, vorausgesetzt, dass vergleichbare Präzisionswerte erreicht werden (siehe Präzisionswerte des Verfahrens bei der Verwendung von Isooctan in Anhang B).

5.3 Isopropanol.

5.4 Isopropanol/Wasser-Gemisch, Volumenanteile 50 ml/100 ml.

5.5 Pankreaslipase, Aktivität zwischen 2,0 und 10 Lipaseeinheiten je Milligramm (siehe Anhang C).

ANMERKUNG Pankreaslipase mit einer Aktivität zwischen 2 und 10 Einheiten je mg Enzym ist im Handel erhältlich.

5.6 Tris(hydroxymethyl)aminomethan-Pufferlösung: Es wird eine wässrige Lösung (1 mol/l) mit einem pH-Wert von 8 hergestellt und mit konzentrierter HCl gemischt, Volumenanteile 50 ml/100 ml.

5.7 Natriumcholat, spezieller Enzymreinheitsgrad, wässrige Lösung, Massenanteil 0,1 g/100 g.

Diese Lösung ist innerhalb von 15 Tagen nach ihrer Herstellung zu verbrauchen.

5.8 Calciumchlorid, wässrige Lösung, Massenanteil 22 g/100 g.

5.9 Diethylether, Reinheitsgrad für die Chromatographie.

5.10 Elutionsmittel 1: *n*-Hexan/Diethylether-Gemisch, Volumenanteil von *n*-Hexan 87 ml/100 ml und von Diethylether 13 ml/100 ml.

5.11 Natriumhydroxid, wässrige Lösung, Massenanteil 12 g/100 g.

5.12 Phenolphthalein, ethanolische Lösung, Massenkonzentration 1 g/100 ml.

5.13 Trägergas: Wasserstoff oder Helium, Reinheitsgrad für die Gaschromatographie.

5.14 Hilfsgase: Wasserstoff, frei von Feuchtigkeit und organischen Stoffen, und synthetische Luft, Reinheitsgrad für die Gaschromatographie.

5.15 Silylierungsreagens: Gemisch aus Pyridin, Hexamethyldisilazan (HMDS) und Trimethylchlorsilan (TMCS); Volumenanteile: 9 ml/13 ml, 3 ml/13 ml bzw. 1 ml/13 ml.

ANMERKUNG Gebrauchsfertige Lösungen sind im Handel erhältlich. Andere Silylierungsreagenzien können verwendet werden, z. B. Bis-trimethylsilyl-trifluoracetamid + 1 % Trimethylchlorsilan, verdünnt mit einem identischen Volumen an wasserfreiem Pyridin.

5.16 Referenzproben: reine Monoacylglycerole und Mischungen von Monoacylglycerolen mit bekannter Zusammensetzung, die der Zusammensetzung der Probe ähnlich ist.

5.17 Elutionsmittel 2: *n*-Hexan/Diethylether-Gemisch, Volumenanteil von *n*-Hexan 90 ml/100 ml und von Diethylether 10 ml/100 ml.

6 Geräte

Die üblichen Laborgeräte, insbesondere folgende Geräte.

- 6.1 **Erlenmeyerkolben**, mit einem Fassungsvermögen von 25 ml.
- 6.2 **Bechergläser**, mit Fassungsvermögen von 100 ml, 250 ml und 300 ml.
- 6.3 **Glassäule für Chromatographie**, Innendurchmesser 21 mm bis 23 mm, Länge 400 mm, mit Septum und Absperrhahn.
- 6.4 **Messzylinder**, mit Fassungsvermögen von 10 ml, 50 ml, 100 ml und 200 ml, ISO 4788 [2], Klasse A.
- 6.5 **Rundkolben**, mit Fassungsvermögen von 100 ml und 250 ml.
- 6.6 **Rotationsverdampfer**.
- 6.7 **Zentrifugengläser**, mit konischem Boden, mit einem Fassungsvermögen von 10 ml, mit Schliffstopfen.
- 6.8 **Zentrifuge**, für 10-ml- und 100-ml-Gläser geeignet.
- 6.9 **Wasserbad**, das eine Temperatur von $(40 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ aufrechterhalten kann.
- 6.10 **Messpipetten**, mit Fassungsvermögen von 1 ml und 2 ml, ISO 835 [1], Klasse A.
- 6.11 **Dosierspritze**, 1 ml.
- 6.12 **Mikroliterspritze**, 100 μl .
- 6.13 **Scheidetrichter**, 1 000 ml.
- 6.14 **Gaschromatograph**, für den Gebrauch mit Kapillarsäulen geeignet, mit den in 6.14.1 bis 6.14.5 festgelegten Komponenten ausgestattet.
 - 6.14.1 **„Cold-on-Column“-Injektor**.
 - 6.14.2 **Flammenionisationsdetektor**.
 - 6.14.3 **Säulenofen**, der die Temperatur auf $\pm 1 ^\circ\text{C}$ halten kann.
 - 6.14.4 **Rechnergestütztes Integrationssystem**.
 - 6.14.5 **Fused-silica-Kapillarsäule (Quarzkapillarsäule)**, Länge 8 m bis 12 m und Innendurchmesser 0,25 mm bis 0,32 mm, beschichtet mit Methylpolysiloxan oder 5 % Phenylmethylpolysiloxan, mit einer Schichtdicke zwischen 0,10 μm und 0,30 μm , geeignet für die Verwendung bei 370 $^\circ\text{C}$.
- 6.15 **Mikroliterspritze**, 10 μl , mit gehärteter Nadel, Länge mindestens 7,5 cm, für Direkteinspritzung (On-Column) geeignet.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Teil des in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 5555 [3] enthalten.

Es ist wichtig, dass das Laboratorium eine wirklich repräsentative Probe erhält, die während des Transports oder der Lagerung weder beschädigt noch verändert wurde.

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

Die Untersuchungsprobe wird nach ISO 661 vorbereitet. Öle mit einem Gehalt an freien Säuren von mehr als 3 % erfordern einen Neutralisierungsschritt, der nachfolgend festgelegt ist.

50 g Öl werden in einen 1 000-ml-Scheidetrichter (6.13) gegeben und in 200 ml *n*-Hexan (5.2) gelöst. 100 ml Isopropanol (5.3) und so viel Natriumhydroxidlösung (5.11), wie dem Gehalt an freien Säuren des Öls plus einem Überschuss von 5 % entspricht, werden hinzugegeben. Dies wird 1 min kräftig geschüttelt, 100 ml Wasser werden hinzugegeben, erneut geschüttelt und absetzen gelassen.

Nach dem Trennen wird die untere seifige Schicht entfernt. Sich häufig bildende Zwischenschichten aus Schleim und unlöslichen Stoffen werden ebenfalls entfernt. Die *n*-Hexanlösung des Öls wird mehrmals hintereinander mit je 50-ml- bis 60-ml-Portionen des Isopropanol/Wasser-Gemischs (5.4) gewaschen, bis die gewaschene Phase gegenüber Phenolphthalein (5.12) neutral ist.

Der größte Teil des Hexans wird unter Vakuum durch Destillation entfernt, z. B. durch Verwenden eines Rotationsverdampfers (6.6), und das Öl wird in einen 100-ml-Rundkolben (6.5) überführt. Das Öl wird unter Vakuum bis zur vollständigen Entfernung des Lösemittels getrocknet.

Am Ende dieses Verfahrens ist sicherzustellen, dass der Säuregehalt des Öls unter 0,5 % liegt.

9 Durchführung

9.1 Vorbereitung

9.1.1 1,0 g des Öls, das gegebenenfalls vorbehandelt wurde (Abschnitt 8), wird in einen 25-ml-Erlenmeyerkolben (6.1) gegeben und in 10 ml Elutionsmittel 1 (5.10) gelöst. Die Lösung wird vor Beginn der Chromatographie mit einer Kieselgelsäule mindestens 15 min ruhen gelassen.

Wenn die Lösung trüb ist, wird sie zentrifugiert, um optimale Chromatographiebedingungen zu schaffen.

Es dürfen gebrauchsfertige 500-mg-Kieselgel-Festphasenextraktionskartuschen (SPE, en: Solid Phase Extraction) verwendet werden. Wenn SPE-Kartuschen verwendet werden, wird direkt mit 9.2.2 fortgefahren.

9.1.2 Die Chromatographiesäule (6.3) wird mit etwa 30 ml des Elutionsmittels 1 (5.10) befüllt, ein Wattebausch wird mit einem Glasstab bis auf den Grund der Säule geschoben, wobei die Luft rausgedrückt wird.

In einem Becherglas wird eine Suspension aus 25 g Kieselgel (5.1) in etwa 80 ml Elutionsmittel 1 hergestellt und anschließend mithilfe eines Trichters in die Säule überführt.

Es ist sicherzustellen, dass das Kieselgel vollständig in die Säule überführt wurde; das Becherglas wird mit Elutionsmittel 1 gespült, der Absperrhahn wird geöffnet und so viel Elutionsmittel wird abfließen gelassen, bis es etwa 2 mm über dem Kieselgel steht.

9.2 Säulenchromatographie

9.2.1 Herkömmliche Durchführung

Die in 9.1.1 hergestellte Lösung wird auf die Chromatographiesäule (9.1.2) überführt. Eine Bewegung der Säulenoberfläche ist zu vermeiden.

Der Absperrhahn wird geöffnet und die Probenlösung wird ablaufen gelassen, bis sie die Kieselgelschicht erreicht. Es wird mit 150 ml Elutionsmittel 1 (5.10) eluiert. Die Durchlaufgeschwindigkeit wird auf 2 ml/min eingestellt (150 ml müssen in 60 min bis 70 min durch die Säule hindurchlaufen).

Das Eluat wird in einem zuvor gewogenen 250-ml-Rundkolben (6.5) aufgefangen. Das Lösemittel wird unter Vakuum eingedampft und letzte Spuren von Lösemittel werden unter einem Stickstoffstrom entfernt.

Der Rundkolben wird gewogen und die gewonnene Masse wird anhand der Differenz berechnet.