

DIN EN ISO 3657

ICS 67.200.10

Entwurf

Einsprüche bis 2020-03-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3657:2013-12

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung der Verseifungszahl (ISO/FDIS 3657:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3657:2019**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of saponification value (ISO/FDIS 3657:2019);
German and English version prEN ISO 3657:2019

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination de l'indice de saponification (ISO/FDIS 3657:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3657:2019

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 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, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3657:2019) 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 nationale 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 internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente 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 12966-2	siehe	DIN EN ISO 12966-2
ISO 12966-3	siehe	DIN EN ISO 12966-3
ISO 12966-4	siehe	DIN EN ISO 12966-4

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3657:2013-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Hinweis zur Verwendung von Alkaliblau (5.4) oder Phenolphthalein (5.5) aufgenommen;
- b) Fehler bei der Berechnung der relativen Molekülmasse für 16 : 0 TAG in B.7.3 korrigiert;
- c) Aktualisierung der Verweisungen;
- d) Norm redaktionell überarbeitet und den 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 5555, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Probenahme*

DIN EN ISO 12966-2, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Gaschromatographie von Fettsäuremethylestern — Teil 2: Herstellung von Fettsäuremethylestern*

DIN EN ISO 12966-3, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Gaschromatographie von Fettsäuremethylestern — Teil 3: Herstellung von Methylestern mittels Trimethylsulfoniumhydroxid (TMSH)*

DIN EN ISO 12966-4, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Gaschromatographie von Fettsäuremethylestern — Teil 4: Bestimmung mittels Kapillargaschromatographie*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

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 (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

— Leerseite —

Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Verseifungszahl (ISO/FDIS 3657:2019)

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de saponification (ISO/FDIS 3657:2019)

Animal and vegetable fats and oils — Determination of saponification value (ISO/FDIS 3657:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme	6
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	6
9 Durchführung	7
9.1 Prüfmenge	7
9.2 Bestimmung	7
9.3 Blindversuch	7
10 Angabe der Ergebnisse	7
11 Präzision	8
11.1 Ringversuchsergebnisse	8
11.2 Wiederholpräzision	8
11.3 Vergleichpräzision	8
12 Untersuchungsbericht	8
Anhang A (informativ) Ringversuchsergebnisse	10
Anhang B (informativ) Berechnung der Verseifungszahl aus Fettsäurezusammensetzungsdaten	11
B.1 Allgemeines	11
B.2 Symbole und Abkürzungen	11
B.3 Berechnung der relativen Molekülmasse von Fettsäuren oder Fettsäureestern	12
B.4 Berechnung der relativen Molekülmassen von Triacylglycerolen	12
B.5 Berechnung der mittleren relativen Molekülmassen von Triacylglycerolen	12
B.6 Berechnung der Verseifungszahl	12
B.7 Beispiel	13
B.7.1 Fettsäuremethylester-Zusammensetzung einer Probe	13
B.7.2 Berechnung der relativen Molekülmasse von Methylester ($k = 1$)	13
B.7.3 Berechnung der relativen Molekülmasse von Triacylglycerolen bei $k = 1$	13
B.7.4 Berechnung der mittleren relativen Molekülmasse	13
B.7.5 Berechnung der Verseifungszahl	13
B.8 Korrekturen bei freien Fettsäuren, unvollständig veresterten Glycerolen und unverseiftem Material	14
Literaturhinweise	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3657:2019) 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 3657:2013 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 3657:2019 wurde von CEN als prEN ISO 3657:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

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. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food Products*, Unterkomitee SC 11, *Animal and vegetable fats and oils* in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 307 „Ölsaaten, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“, gemäß der Vereinbarung über die technische Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung), erarbeitet.

Diese fünfte Ausgabe ersetzt die vierte Ausgabe (ISO 3657:2013), die geringfügig geändert wurde. Diese Ausgabe korrigiert den Fehler bei der Berechnung der relativen Molekülmasse für 16:0 TAG (B.7.3), weist auf die Verwendung von Alkaliblaufarbstoff oder Phenolphthalein (5.4 und 5.5) hin und aktualisiert die Verweisungen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Verseifungszahl von tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen fest. Die Verseifungszahl ist ein Maß für die Menge an freien und veresterten Säuren, die in Fetten und Fettsäuren vorhanden sind.

Das Verfahren ist für raffinierte und rohe pflanzliche und tierische Fette geeignet.

Bei Vorhandensein anorganischer Säuren sind die nach diesem Verfahren erhaltenen Ergebnisse nicht auswertbar, es sei denn, die anorganischen Säuren wurden getrennt bestimmt.

Die Verseifungszahl kann auch mit den Fettsäure-Daten, erhalten aus Gas-Flüssigkeits-Chromatographie-Untersuchungen, wie in Anhang B angegeben, berechnet werden. Für diese Berechnung ist es notwendig, sich sicher zu sein, dass die Probe keine größeren Verunreinigungen enthält oder dass sie thermisch abgebaut wird.

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

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

3.1

Verseifungszahl

Anzahl an Milligramm an Kaliumhydroxid, die zum Verseifen von 1 g des geprüften Produktes benötigt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Verseifungszahl ist eine dimensionslose Größe. Die gebräuchliche Abkürzung lautet VZ.

4 Kurzbeschreibung

Die Untersuchungsprobe wird mit einem Überschuss an ethanolischer Kaliumhydroxidlösung durch Kochen unter Rückfluss verseift, gefolgt von einer Titration des Überschusses an Kaliumhydroxid mit einer volumetrischen Salzsäure-Standardlösung.

5 Reagenzien

Es sind nur analysenreine Reagenzien und destilliertes oder deionisiertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit zu verwenden.

5.1 Ethanol, Volumenanteil $\varphi = 95\%$.

5.2 Kaliumhydroxid, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ Lösung in Ethanol.

Diese Lösung muss farblos oder hellgelb sein. Eine stabile farblose Lösung kann nach einem der folgenden Verfahren hergestellt werden.

- a) Unter Rückfluss wird 1 Liter Ethanol (5.1) mit 8 g Kaliumhydroxid und 5 g Aluminiumgrieß für 1 h gekocht und anschließend sofort destilliert. Die geforderte Menge an Kaliumhydroxid (etwa 35 g) wird im Destillat gelöst. Die Lösung wird mehrere Tage stehen gelassen; dann wird die klare überstehende Flüssigkeit von dem gefällten Kaliumcarbonat in eine Vorratsflasche aus braunem Glas dekantiert.
- b) 4 g Aluminium-*tert*-butylat werden zu 1 Liter Ethanol hinzugefügt und die Mischung wird für mehrere Tage stehen gelassen. Die überstehende Flüssigkeit wird dekantiert und in ihr wird die geforderte Menge an Kaliumhydroxid gelöst. Die Lösung wird mehrere Tage stehen gelassen und dann wird die klare überstehende Flüssigkeit von dem gefällten Kaliumcarbonat in eine Vorratsflasche aus braunem Glas dekantiert.

5.3 Salzsäure, volumetrische Standardlösung, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.4 Alkaliblau 6B-Lösung, $\rho = 2,5 \text{ g/100 ml}$ in Ethanol (5.1).

5.5 Phenolphthalein-Lösung, $\rho = 0,1 \text{ g/100 ml}$ in Ethanol (5.1).

Phenolphthalein wird als CMR-Stoff eingestuft und sollte nur verwendet werden, wenn keine Alternative verfügbar ist.

5.6 Siedehilfen.

6 Geräte

Die übliche Laborgeräte und im Besonderen die folgenden:

- 6.1 **Erlenmeyer-Kolben**, 250 ml Nennvolumen, aus laugenbeständigem Glas und mit Schliffhals.
- 6.2 **Rückflusskühler**, mit einer geschliffenen Glasverbindung, die zum Erlenmeyer-Kolben passt (6.1).
- 6.3 **Heizgerät** (z. B. Wasserbad, elektrische Heizplatte oder ein anderes geeignetes Gerät). Eine offene Flamme ist nicht geeignet.
- 6.4 **Bürette**, 50 ml Nennvolumen, mit einer Skalenteilung von 0,1 ml, oder eine **automatische Bürette**.
- 6.5 **Pipette**, 25 ml Nennvolumen, oder eine **automatische Pipette**.
- 6.6 **Analysenwaage**, Ablesbarkeit 0,000 1 g, Abwägegenauigkeit 0,001 g.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in diesem Dokument festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 5555 angegeben.

Es ist wichtig, dass das Laboratorium eine Probe erhält, die wirklich repräsentativ ist und während des Transports und der Lagerung nicht beschädigt oder verändert wurde.

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

Die Untersuchungsprobe wird nach ISO 661 vorbereitet.