

DIN EN ISO 3960



ICS 67.200.10

Entwurf

Einsprüche bis 2016-11-23
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3960:2010-08

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung der Peroxidzahl –
Iodometrische (visuelle) Endpunktbestimmung (ISO/FDIS 3960:2016);
Deutsche und Englische Fassung FprEN ISO 3960:2016**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of peroxide value –
Iodometric (visual) endpoint determination (ISO/FDIS 3960:2016);
German and English version FprEN ISO 3960:2016

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination de l'indice de peroxyde –
Détermination avec point d'arrêt iodométrique (ISO/FDIS 3960:2016);
Version allemande et anglaise FprEN ISO 3960:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-09-23 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 des 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, 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 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 3960:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, 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 für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen“ (GA Fett) der Deutschen Gesellschaft für Fettwissenschaft (DGF) und des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

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 27107	siehe	DIN EN ISO 27107

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der FprEN ISO 3960 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3960:2010-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) wurden vom Anwendungsbereich dieser Norm ausgenommen;
- b) 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 27107, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Peroxidzahl — Potentiometrische Endpunktbestimmung*

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*

— Leerseite —

Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Peroxidzahl — Iodometrische (visuelle) Endpunktbestimmung (ISO/FDIS 3960:2016)

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de peroxyde — Détermination avec point d'arrêt iodométrique (ISO/FDIS 3960:2016)

Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value — Iodometric (visual) endpoint determination (ISO/FDIS 3960:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokumentstufe: parallele formelle Abstimmung vorgelegt

Dokumentsprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
6 Geräte	8
7 Probenahme	8
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	9
9 Durchführung	9
9.1 Allgemeines	9
9.2 Herstellung und Bestimmung des Titers der 0,01-N-Natriumthiosulfat-Standardlösung	9
9.2.1 Herstellung der 0,01-N-Natriumthiosulfat-Standardlösung	9
9.2.2 Bestimmung des Titers der 0,01-N-Natriumthiosulfat-Standardlösung (Faktorbestimmung)	9
9.3 Bestimmung der Peroxidzahl	10
10 Auswertung und Angabe der Ergebnisse	11
11 Präzision	11
11.1 Ringversuch	11
11.2 Wiederholpräzision	11
11.3 Vergleichpräzision	11
12 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Ringversuchsergebnisse	13
Literaturhinweise	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 3960:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem 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 parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 3960:2010 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 3960:2016 wurde vom CEN als FprEN ISO 3960:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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 nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 11, *Animal and vegetable fats and oils*.

Diese fünfte Ausgabe ersetzt die vierte Ausgabe (ISO 3960:2007 und korrigierte Ausgabe 2009), die eine geringfügige Änderung darstellt, um Fette aus Milch und Milcherzeugnissen auszuschließen.

Einleitung

Über einen Zeitraum von vielen Jahren wurden verschiedene Verfahren zur Bestimmung von Peroxiden in Fetten und Ölen entwickelt. Das Grundprinzip der meisten dieser Verfahren besteht in der Freisetzung von Iod aus Kaliumiodid in einem sauren Medium. Das Verfahren nach Wheeler wurde vor mehr als 50 Jahren von unterschiedlichen Normungsinstitutionen genormt und findet eine weit verbreitete Anwendung bei der Kontrolle von Waren durch Erzeuger, Empfänger und amtliche Laboratorien. In der nationalen und internationalen Lebensmittelgesetzgebung (einschließlich des Codex Alimentarius) sind die annehmbaren Grenzwerte für die Peroxidzahlen oft festgelegt. Aufgrund von Abweichungen bei der Vergleichpräzision der Ergebnisse wurde festgestellt, dass zwischen den genormten Verfahren geringfügige Unterschiede bestehen. Ein sehr wichtiger Punkt ist die Abhängigkeit des Ergebnisses von der Probenmenge, die für die Bestimmung verwendet wird. Da die Bestimmung der Peroxidzahl (*POZ*) ein stark empirisches Verfahren ist, hat ISO/TC 34/SC 11 beschlossen, die Masse der Probe auf 5 g für *POZ* größer als 1 und auf 10 g für *POZ* kleiner als oder gleich 1 festzulegen und die Anwendbarkeit dieses Verfahrens auf tierische und pflanzliche Fette und Öle mit Peroxidzahlen von 0 meq bis 30 meq aktiver Sauerstoff je Kilogramm zu beschränken. Der Anwender dieses Dokumentes sollte beachten, dass die erhaltenen Ergebnisse geringfügig niedriger sein können als bei den vorherigen Normen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur iodometrischen Bestimmung der Peroxidzahl von tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen mit einer visuellen Endpunktbestimmung fest. Die Peroxidzahl ist ein Maß für die Menge an Sauerstoff, der chemisch in Form von Peroxiden, besonders Hydroperoxiden, an Öl oder Fette gebunden ist.

Das Verfahren ist auf alle tierischen und pflanzlichen Fette und Öle, Fettsäuren und deren Mischungen mit Peroxidzahlen von 0 meq bis 30 meq (Milliäquivalente) aktiver Sauerstoff je Kilogramm anwendbar. Es ist auch anwendbar auf Margarinen und Streichfette mit unterschiedlichem Wassergehalt. Das Verfahren ist nicht geeignet für MilCHFette und ist nicht anwendbar auf Lecithine.

Es ist zu beachten, dass die Peroxidzahl ein dynamischer Parameter ist, dessen Wert von der zeitlichen Veränderung der Probe abhängt. Außerdem ist die Bestimmung der Peroxidzahl ein stark empirisches Verfahren, und der erhaltene Wert hängt von der Probenmasse ab. Es ist zu betonen, dass aufgrund der vorgeschriebenen Probenmasse die erhaltenen Peroxidzahlen geringfügig niedriger sein können als die Peroxidzahlen, die mit einer geringeren Probenmasse erhalten werden.

Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) sind vom Anwendungsbereich dieses Dokumentes ausgenommen.

ANMERKUNG 1 Ein bevorzugtes Verfahren zur iodometrischen Bestimmung der Peroxidzahl von MilCHFetten ist in ISO 3976 festgelegt.

ANMERKUNG 2 Ein Verfahren zur potentiometrischen Bestimmung der Peroxidzahl ist in ISO 27107 angeführt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text derart zitiert, 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 folgende Begriffe.

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

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

— ISO Online browsing platform: unter <https://www.iso.org/obp/>

3.1 Peroxidzahl
POZ
Menge der Substanzen in einer Probe, angegeben als aktiver Sauerstoff, die Kaliumiodid unter den in diesem Dokument festgelegten Bedingungen oxidieren

Anmerkung 1 zum Begriff Die Peroxidzahl wird üblicherweise in Milliäquivalent (meq) aktiver Sauerstoff je Kilogramm Öl angegeben, darf jedoch auch (in SI-Einheiten) in Millimol (mmol) aktiver Sauerstoff je Kilogramm Öl angegeben werden. Der in Millimol aktiver Sauerstoff je Kilogramm angegebene Wert entspricht der Hälfte des in Milliäquivalent aktiver Sauerstoff je Kilogramm angegebenen Wertes. Die Multiplikation der Peroxidzahl (meq aktiver

Sauerstoff je Kilogramm) mit der Äquivalentmasse des Sauerstoffs (gleich 8) ergibt Milligramm aktiver Sauerstoff je Kilogramm Öl.

4 Kurzbeschreibung

Die Untersuchungsprobe wird in Isooctan und Eisessig gelöst, Kaliumiodid wird hinzugefügt. Das durch die Peroxide freigesetzte Iod wird iodometrisch (visuell) mit einem Stärkeindikator und einer Natriumthiosulfat-Standardlösung bestimmt. Der Endpunkt der Titration wird iodometrisch (visuell) bestimmt.

5 Reagenzien

WARNUNG — Die nationalen Vorschriften, in denen die Handhabung von Gefahrstoffen und die damit verbundenen Pflichten der Anwender festgelegt werden, sind zu beachten. Maßnahmen hinsichtlich der technischen, organisatorischen und persönlichen Sicherheit müssen eingehalten werden.

Sofern nicht anders festgelegt, sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden. Alle Reagenzien müssen frei von gelöstem Sauerstoff sein.

5.1 Wasser, vollentsalzt, abgekocht und auf 20 °C abgekühlt.

5.2 Eisessig, Massenanteil 100 %, der in einem Ultraschallbad unter Vakuum oder durch Durchleiten eines Stroms von reinem und trockenem inertem Gas (Kohlenstoffdioxid oder Stickstoff) entgast wurde.

5.3 Isooctan, das in einem Ultraschallbad unter Vakuum oder durch Durchleiten eines Stroms von reinem und trockenem inertem Gas (Kohlenstoffdioxid oder Stickstoff) entgast wurde.

5.4 Eisessig-Isooctan-Lösung, hergestellt durch Mischen von 60 ml Eisessig und 40 ml Isooctan (Volumenanteil von Eisessig: $\varphi = 60 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ und Volumenanteil von Isooctan: $\varphi = 40 \text{ ml}/100 \text{ ml}$).

Das Gemisch wird in einem Ultraschallbad unter Vakuum oder durch Durchleiten eines Stroms von reinem und trockenem inertem Gas (Kohlenstoffdioxid oder Stickstoff) entgast.

5.5 Kaliumiodid, frei von Iod und Iodaten.

5.6 Gesättigte Kaliumiodid-Lösung, Massenkonzentration $\rho(\text{KI}) = 175 \text{ g}/100 \text{ ml}$.

Etwa 14 g Kaliumiodid sind in etwa 8 g frisch abgekochtem Wasser bei Raumtemperatur zu lösen. Es ist sicherzustellen, dass die Lösung gesättigt bleibt (ungelöste Kristalle). Die Lösung ist im Dunkeln aufzubewahren und jeden Tag frisch herzustellen. Die Lösung ist wie folgt zu prüfen: Zwei Tropfen Stärkelösung sind zu 0,5 ml der Kaliumiodid-Lösung in 30 ml der Eisessig/Isooctan-Lösung (5.4) zu geben. Tritt eine Blaufärbung auf und ist mehr als ein Tropfen Natriumthiosulfat-Standardlösung (5.7) erforderlich, um diese zu beseitigen, ist die Kaliumiodid-Lösung zu verwerfen.

5.7 0,1-N-Natriumthiosulfat-Standardlösung, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Zur Herstellung dieser Lösung ist nur frisch abgekochtes Wasser, möglicherweise mit Stickstoff gespült, zu verwenden. Diese Lösung kann einen Monat verwendet werden und wird in einer Braunglasflasche aufbewahrt.

5.8 0,01-N-Natriumthiosulfat-Standardlösung, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$ (siehe 9.2).

Es ist notwendig, diese Lösung vor Gebrauch frisch aus der Natriumthiosulfat-Standardlösung mit einer Konzentration von 0,1 mol/l herzustellen, oder den Titer täglich zu bestimmen. Wie die Erfahrung zeigt, ist die Stabilität begrenzt und hängt vom pH-Wert und dem Gehalt an freiem Kohlenstoffdioxid ab. Zum Verdünnen ist nur frisch abgekochtes Wasser, möglicherweise mit Stickstoff gespült, zu verwenden.