

DIN EN ISO 3961

ICS 67.200.10

Einsprüche bis 2018-02-01
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3961:2013-12

Entwurf

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung der Iodzahl (ISO/DIS 3961:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3961:2017**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of iodine value (ISO/DIS 3961:2017);
German and English version prEN ISO 3961:2017

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination de l'indice d'iode (ISO/DIS 3961:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3961:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-12-01 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, 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 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3961:2017) 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 nationale Gremium 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 385	siehe	DIN EN ISO 385
ISO 648	siehe	DIN EN ISO 648
ISO 661	siehe	DIN EN ISO 661
ISO 1042	siehe	DIN EN ISO 1042
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5555	siehe	DIN EN ISO 5555
ISO 5725 (alle Teile)	siehe	DIN ISO 5725 (alle Teile)
ISO 8555-2	siehe	DIN EN ISO 8655-2
ISO 8555-3	siehe	DIN EN ISO 8655-3
ISO 12966-4	siehe	DIN EN ISO 12966-4

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 3961:2013-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Streichung der Anmerkung in B.2.2;
- b) Aufnahme von weiteren Daten in Anhang B „Berechnete Iodzahl, gilt nicht für Fischöl“;
- c) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 385, *Laborgeräte aus Glas — Büretten*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

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

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

DIN EN ISO 5555, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Probenahme*

DIN EN ISO 8655-2, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 2: Kolbenhubpipetten*

DIN EN ISO 8655-3, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 3: Kolbenbüretten*

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

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725 (alle Teile), *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen*

— Leerseite —

Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Iodzahl (ISO/DIS 3961:2017)

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'iode (ISO/DIS 3961:2017)

Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine value (ISO/DIS 3961:2017)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.8l

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 und der Prüfmenge	7
9 Durchführung	7
10 Berechnung	8
11 Präzision	9
11.1 Ringversuch	9
11.2 Wiederholgrenze, r	9
11.3 Vergleichsgrenze, R	9
12 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Ringversuch	10
Anhang B (informativ) Berechnete Iodzahl, gilt nicht für Fischöl	13
B.1 Allgemeines	13
B.2 Durchführung	13
B.3 Berechnung	13
Literaturhinweise	17

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3961:2017) 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 von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 3961:2013 ersetzen.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 3961:2017 wurde von CEN als prEN ISO 3961:2017 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).

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

Diese sechste Ausgabe ersetzt die fünfte Ausgabe (ISO 3961:2013), die technisch durch eine Streichung der Anmerkung in B.2.2 sowie durch die Aufnahme von weiteren Daten in Anhang B überarbeitet wurde.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Bezugsverfahren zur Bestimmung der Iodzahl (im industriellen Bereich gemeinhin bekannt als IZ) in tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen fest, die nachfolgend als Fette bezeichnet werden.

Anhang B beschreibt ein Verfahren zur Berechnung der IZ aus Daten zur Fettsäurezusammensetzung. Dieses Verfahren ist nicht auf Fischöl anwendbar. Außerdem können kaltgepresste, unverarbeitete und nicht raffinierte pflanzliche Öle sowie (teilweise) hydrierte Öle unterschiedliche Ergebnisse bei den zwei Verfahren haben. Die berechnete Iodzahl wird durch Verunreinigungen und durch thermische Degradationsprodukte beeinträchtigt.

ANMERKUNG Das Verfahren in Anhang B beruht auf dem offiziellen AOCS-Verfahren Cd 1c-85 [9] [Leitfaden zur empfohlenen Praxis der American Oil Chemists' Society (Amerikanische Öl-Chemiker-Gesellschaft)].

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).

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Iodzahl

IZ

Masse des Halogens, angegeben als Iod, die bei Anwendung des festgelegten Verfahrens von der Prüfmenge absorbiert wird, dividiert durch die Masse der Prüfmenge

Anmerkung 1 zum Begriff: Die IZ wird als Massenanteil in Gramm je 100 g Fett angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Lösen einer Prüfmenge in Lösemittel und Zugabe von Wijs-Reagens. Nach einer festgelegten Zeit Zugabe von Kaliumiodid und Wasser sowie Titration des freigesetzten Iods mit Natriumthiosulfatlösung.

ANMERKUNG Anhang B beschreibt ein Verfahren zur Berechnung der IZ aus Daten zur Fettsäurezusammensetzung. Dieses Verfahren ist jedoch nicht als Schnellverfahren vorgesehen. Dieses Verfahren führt zu zwei Ergebnissen aus einer Analyse. Bei dem volumetrischen Verfahren handelt es sich um das Bezugsverfahren.

5 Reagenzien

Es sind ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit zu verwenden.

WARNUNG — Es wird auf die Bestimmungen verwiesen, in denen der Umgang mit gefährlichen Substanzen festgelegt ist. Die entsprechenden technischen, organisatorischen und persönlichen Sicherheitsvorkehrungen sind zu treffen. Die Wijs-Lösung verursacht schwere Verbrennungen; Dämpfe können Lungen- und Augenschäden verursachen. Eine Abzugshaube muss bei der Arbeit verwendet werden.

5.1 Wasser, der Qualität 3 nach ISO 3696 [4].

5.2 Kaliumiodid, Lösung, mit einer Massenkonzentration von $\rho(\text{KI}) = 100 \text{ g/l}$, die kein Iodat oder freies Iod enthält.

5.3 Stärkelösung. 5 g lösliche Stärke sind mit 30 ml Wasser (5.1) zu mischen und zu 1 000 ml siedendem Wasser zu geben. Nach 3 min Sieden ist die Lösung abkühlen zu lassen. Die Stärkelösung ist jeden Tag frisch herzustellen.

5.4 Natriumthiosulfat, Standardmaßlösung, Stoffmengenkonzentration $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$, die nicht mehr als 7 Tage vor der Verwendung hergestellt wurde.

5.5 Lösemittel, hergestellt durch Mischen eines Volumenanteils Cyclohexan (50 ml) und eines Volumenanteils Eisessig (50 ml), Volumenanteile $\varphi = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$.

5.6 Wijs-Reagens, das Iodmonochlorid in Essigsäure enthält. Das Verhältnis I/Cl im Wijs-Reagens muss innerhalb der Grenzwerte $1,10 \pm 0,1$ liegen. Wijs-Reagens ist empfindlich gegenüber Temperatur, Feuchte und Licht. Es ist im Dunkeln bei $< 30^\circ\text{C}$ zu lagern.

Es ist handelsübliches Wijs-Reagens zu verwenden. Jegliche Begrenzung der Verwendbarkeitsdauer des Reagens ist zu beachten.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und im Besonderen die folgenden:

6.1 Wägeschiffchen aus Glas, die für die Prüfmenge und zum Einführen in die Kolben (6.2) geeignet sind.

6.2 Erlenmeyerkolben mit 500 ml Fassungsvermögen und Schliffstopfen aus Glas, die keinerlei Anzeichen für das Vorhandensein von Feuchte aufweisen.

6.3 Analysenwaage, Ablesbarkeit 0,000 1 g und Abwägegenauigkeit 0,001 g.

6.4 Messkolben mit 1 000 ml Fassungsvermögen, nach ISO 1042 [3], Klasse A.

6.5 Pipette mit 25 ml Fassungsvermögen, automatisch, ISO 8655-2 [7] oder nach ISO 648 [2], Klasse A, mit einem Pipettierball ausgestattet.

6.6 Bürette, mit 25 ml und 50 ml Fassungsvermögen, mit einer Skalenteilung von 0,1 ml, ISO 385 [1], Klasse A, alternativ ein Autotitrator, ISO 8655-3 [8].

7 Probenahme

Die Probenahme ist kein Bestandteil des in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 5555 [5] angegeben.

Es ist entscheidend, dass das Laboratorium eine tatsächlich repräsentative Probe erhält, die während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert wurde.

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe und der Prüfmenge

Die Untersuchungsprobe ist nach dem in ISO 661 angegebenen Verfahren vorzubereiten.

Entsprechend der für die Probe erwarteten IZ ist die in Tabelle 1 angegebene Masse der Prüfmenge auf 0,001 g oder 0,000 5 g in ein Wägeschiffchen aus Glas (6.1) einzuwiegen (6.3).

Falls die erwartete IZ nicht bekannt ist, sind Vorprüfungen mit verschiedenen Prüfmengen durchzuführen. Die Masse der Probe muss so gewählt werden, dass der Überschuss an Wijs-Reagens zwischen 50 % und 60 % der zugegebenen Menge liegt, d. h. zwischen 100 % bis 150 % der absorbierten Menge.

Tabelle 1 — Anfangsprüfmengengewicht (theoretisch) für die erwartete Iodzahl

Erwartete Iodzahl	Anfangsgewicht für 150 % Überschuss	Anfangsgewicht für 100 % Überschuss	Genauigkeit des Anfangsgewichts	Lösemittel-mischung
	g	g	g	ml
< 3	10	10	0,001	25
3	8,461	10,576	0,001	25
5	5,077	6,346	0,001	25
10	2,538	3,173	0,001	20
20	0,846	1,586	0,001	20
40	0,634	0,793	0,001	20
60	0,432	0,529	0,001	20
80	0,317	0,397	0,001	20
100	0,254	0,317	0,000 5	20
120	0,212	0,264	0,000 5	20
140	0,181	0,227	0,000 5	20
160	0,159	0,198	0,000 5	20
180	0,141	0,176	0,000 5	20
200	0,127	0,159	0,000 5	20

9 Durchführung

9.1 Das Glas-Wägeschiffchen mit der Prüfmenge ist in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben (6.2) zu geben und das in Tabelle 1 angegebene Volumen an Lösemittel (5.5) ist zuzugeben. Mit der Pipette (6.5) sind 25,00 ml Wijs-Reagens (5.6) zuzugeben. Der Stopfen ist einzusetzen, der Inhalt zu schwenken und der Kolben im Dunkeln aufzubewahren.

Fette und Öle mit einer IZ von 20 oder weniger (harte/gehärtete Fette) sind zu schmelzen und im warmen Lösemittel (60 °C) zu lösen. Es wird auch empfohlen, dass alle Behälter und Reagenzien vor dem Gebrauch erwärmt werden. Geschlossene Gefäße müssen verwendet werden, um das Verdampfen und die Konzentrationsänderung während des Aufwärmens der Reagenzien zu vermeiden.

ANMERKUNG Das Wägeschiffchen verbleibt im Kolben.

ACHTUNG — Das Wijs-Reagens darf nicht mit dem Mund pipettiert werden.