

DIN EN ISO 3961



ICS 67.200.10

Entwurf

Einsprüche bis 2024-11-20
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 3961:2018-11

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung der Iodzahl (ISO/FDIS 3961:2024);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 3961:2024**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of iodine value (ISO/FDIS 3961:2024);
German and English version prEN ISO 3961:2024

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination de l'indice d'iode (ISO/FDIS 3961:2024);
Version allemande et anglaise prEN ISO 3961:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-09-20 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 3961:2024 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 Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen 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 5555	siehe	DIN EN ISO 5555
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5725 (alle Teile)	siehe	DIN ISO 5725 (alle Teile)
ISO 8655-2	siehe	DIN EN ISO 8655-2
ISO 8655-3	siehe	DIN EN ISO 8655-3
ISO 12966-4	siehe	DIN EN ISO 12966-4

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 3961:2018-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Eingabefehler in Tabelle 1 korrigiert;
- b) Abschnitt 12 aktualisiert;
- c) Norm redaktionell überarbeitet.

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: Pipetten*

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

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 –

August 2024

prEN ISO 3961

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle – Bestimmung der Iodzahl
(ISO/FDIS 3961:2024)**

Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value (ISO/FDIS 3961:2024)

Corps gras d'origines animale et végétale – Détermination de l'indice d'iode (ISO/FDIS 3961:2024)

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	8
11.1 Ringversuch	8
11.2 Wiederholgrenze, r	9
11.3 Vergleichsgrenze, R	9
12 Untersuchungsbericht	9
Anhang A (informativ) Ringversuch	10
Anhang B (informativ) Berechnete Iodzahl, gilt nicht für Fischöl	12
B.1 Allgemeines	12
B.2 Durchführung	12
B.3 Berechnung	12
Literaturhinweise	16

Tabellen

Tabelle 1 — Anfangsprüfmengengewicht (theoretisch) für die erwartete Iodzahl	7
Tabelle 2 — Runden der Ergebnisse	8
Tabelle A.1 — Statistische Ergebnisse für das Wijs-Verfahren	10
Tabelle A.2 — Statistische Ergebnisse für die Berechnung aus der Fettsäurezusammensetzung (Anhang B)	11
Tabelle A.3 — Vergleich von $\bar{w}_I$, r , R für beide Bestimmungsverfahren	11
Tabelle B.1 — Molekulargewicht M_i und beitragende Faktoren C_i für einzelne, üblicherweise vorkommende Triglycerid-Bestandteile	14
Tabelle B.2 — Molekulargewicht M_i und beitragende Faktoren C_i für einzelne, üblicherweise vorkommende Methylester-Bestandteile	14
Tabelle B.3 — Molekulargewicht M_i und beitragende Faktoren C_i für einzelne, üblicherweise vorkommende Fettsäure Bestandteile	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 3961:2024) 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 3961:2018 ersetzen.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 3961:2024 wurde von CEN als pr EN ISO 3961:2024 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).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welt handelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, siehe 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* in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 307, *Oilseeds, vegetable and animal fats and oils and their by-products — Methods of sampling and analysis*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese siebte Ausgabe ersetzt die sechste Ausgabe (ISO 3961:2018), die eine geringfügige Überarbeitung darstellt.

Die Änderungen sind wie folgt:

— Die Eingabefehler in Tabelle 1 wurden korrigiert.

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

Dieses Dokument 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 zu unterschiedlichen Ergebnissen bei den zwei Verfahren führen. Die berechnete Iodzahl IZ wird durch Verunreinigungen und durch thermische Abbauprodukte beeinträchtigt.

ANMERKUNG Das Verfahren in Anhang B beruht auf dem offiziellen AOCS-Verfahren Cd 1c-85 [10].

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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

Iodzahl

IZ

Masse der Halogenverbindungen, 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 einem Analyseverfahren. 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. Entsprechende technische, organisatorische und persönliche Sicherheitsvorkehrungen

gen müssen getroffen werden. Das Wijs-Reagens verursacht schwere Verbrennungen; Dämpfe können Lungen- und Augenschäden verursachen. Eine Abzugshaube muss bei der Arbeit verwendet werden.

5.1 Wasser, 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 Fehlergrenze beim Abwägen von 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 nicht Teil des in diesem Dokument festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 5555 [5] angegeben.

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