

DIN EN ISO 660

ICS 67.200.10

Entwurf

Einsprüche bis 2019-07-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 660:2009-10

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung der Säurezahl und der Azidität (ISO/DIS 660:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 660:2019**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of acid value and acidity (ISO/DIS 660:2019);
German and English version prEN ISO 660:2019

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité (ISO/DIS 660:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 660:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-05-24 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 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 660:2019) 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 385	siehe	DIN EN ISO 385
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 5725:1986	siehe	DIN ISO 5725:1988-04
ISO 5725 (all parts)	siehe	DIN ISO 5725 (alle Teile)

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 660:2009-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) wurden vom Anwendungsbereich dieser Norm ausgenommen;
- b) Ergänzung von Einzelheiten zur CMR-Klassifizierung von gefärbten Indikatoren;
- c) Aufnahme von Daten aus einem Ringversuch in Anhang B „Vergleich von drei gefärbten Indikatoren“;
- d) 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 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 ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

DIN ISO 5725:1988-04, *Präzision von Messverfahren — Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision von festgelegten Messverfahren durch Ringversuche; Identisch mit ISO 5725, Ausgabe 1986*

DIN ISO 5725 (alle Teile), *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen*

— Leerseite —

Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Säurezahl und der Azidität (ISO/DIS 660:2019)

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité (ISO/DIS 660:2019)

Animal and vegetable fats and oils — Determination of acid value and acidity (ISO/DIS 660:2019)

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	6
5 Reagenzien	6
6 Geräte	7
7 Probenahme	7
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	7
9 Durchführung	7
9.1 Verfahren mit kaltem Lösemittel unter Verwendung eines Indikators (Referenzverfahren)	7
9.2 Verfahren mit kaltem Lösemittel unter Anwendung der potentiometrischen Titration (Referenzverfahren)	8
9.3 Verfahren mit heißem Ethanol unter Verwendung eines Indikators	8
10 Berechnung	9
10.1 Säurezahl	9
10.2 Azidität bzw. Gehalt an freien Fettsäuren	9
11 Präzision	10
11.1 Wiederholpräzision	10
11.2 Vergleichpräzision	10
12 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (informativ) Ergebnisse von Ringversuchen	11
Anhang B (informativ) Vergleich von drei Farbindikatoren	14
Literaturhinweise	16

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 660:2019) 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 660:2009 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 660:2019 wurde von CEN als prEN ISO 660:2019 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* erarbeitet.

Diese vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 660:2009), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Ergänzung einer Nichtanwendbarkeitserklärung für Milch und Milcherzeugnisse zum Anwendungsbereich, da ISO 1740 „Milkfat products and butter — Determination of fat acidity (Reference method)“ gilt;
- Ergänzung von Einzelheiten zur CMR-Einstufung bei Farbindikatoren;
- Ergänzungen im Anhang von Daten aus dem Ringversuch, der zur Unterstützung dieser Änderung durchgeführt wurde.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt drei Verfahren (zwei titrimetrische und ein potentiometrisches) zur Bestimmung der Azidität in tierischen und pflanzlichen Fetten und Ölen, die im Folgenden als Fette bezeichnet werden, fest. Die Azidität wird vorzugsweise als Säurezahl ausgedrückt, oder alternativ als konventionell berechnete Azidität.

Diese Internationale Norm gilt für raffinierte und rohe pflanzliche oder tierische Fette und Öle, Soapstock-Fettsäuren oder technische Fettsäuren. Die Verfahren gelten nicht für Wachse.

Da die Verfahren vollkommen unspezifisch sind, können sie nicht zur Unterscheidung zwischen Mineralsäuren, freien Fettsäuren und sonstigen organischen Säuren angewendet werden. Die Säurezahl umfasst daher auch möglicherweise vorhandene Mineralsäuren.

Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) sind vom Anwendungsbereich von ISO 660 ausgenommen.

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*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

Säurezahl

Menge an Kaliumhydroxid, in Milligramm, die zur Neutralisierung der in 1 g Fett vorhandenen freien Fettsäuren erforderlich ist, bestimmt nach dem in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahren

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Säurezahl wird in Milligramm je Gramm angegeben.

3.2

Azidität

Gehalt an freien Fettsäuren, bestimmt nach dem in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahren

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Azidität wird als Massenanteil in Prozent angegeben. Wenn das Ergebnis der Bestimmung ohne weitere Erklärung als Azidität angegeben wird, ist dies vereinbarungsgemäß die Azidität auf der Grundlage des Ölsäuregehalts.

4 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einem geeigneten Lösemittelgemisch gelöst, und die vorhandenen Säuren werden mit einer ethanolischen oder methanolischen Lösung von Kalium- oder Natriumhydroxid titriert.

Die in 9.1 und 9.2 festgelegten Verfahren sind die Referenzverfahren.

5 Reagenzien

WARNUNG — Die Vorschriften, in denen die Handhabung von Gefahrstoffen festgelegt ist, 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.

5.1 Lösemittel A für Lösemittelgemisch (5.3): Ethanol, Volumenanteil $\varphi \approx 96 \%$.

Ersatzweise kann 2-Propanol, Volumenanteil $\varphi \approx 99 \%$, verwendet werden.

5.2 Lösemittel B für Lösemittelgemisch (5.3): Diethylether, peroxidfrei.

Ersatzweise können *tert*-Butylmethylether, Petrolether (Siedebereich 40 °C bis 60 °C) oder Toluol verwendet werden.

WARNUNG — Diethylether ist hochentzündlich und kann explosionsfähige Peroxide bilden. Er ist mit großer Vorsicht anzuwenden.

5.3 Lösemittelgemisch, es sind gleiche Volumina des Lösemittels A und des Lösemittels B zu mischen (z. B. $\varphi_A = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ und $\varphi_B = 50 \text{ ml}/100 \text{ ml}$).

Bei Hartfetten oder tierischen Fetten wird ein Lösemittelgemisch von einem Volumen des Lösemittels A (z. B. 25 ml) und drei Volumina des *tert*-Butylmethylethers oder Toluols (z. B. 75 ml) empfohlen.

Das Gemisch ist unmittelbar vor der Verwendung mit Kaliumhydroxidlösung nach Zugabe von 0,3 ml Farbindikatorlösung je 100 ml Lösemittelgemisch zu neutralisieren.

Zur Titration mit wässrigem KOH kann das Lösemittel 2-Propanol verwendet werden.

5.4 Ethanol oder Methanol, Mindestvolumenkonzentration $\varphi = 95 \%$.

5.5 Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid, ethanolische oder methanolische Standardmaßlösungen, Stoffmengenkonzentration $c(\text{NaOH})$ oder $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ und $0,5 \text{ mol/l}$. Die Konzentration muss mit einer Standardmaß-HCl-Lösung überprüft werden.

ANMERKUNG Die ethanolische/methanolische Natrium-/Kaliumhydroxidlösung kann durch eine wässrige Natrium-/Kaliumhydroxidlösung ersetzt werden, jedoch nur dann, wenn das Volumen des zugesetzten Wassers nicht zu einer Phasentrennung führt.

5.6 Thymolphthalein oder Alkaliblau 6B, Lösung in Ethanol, Massenkonzentration, $\rho = 2 \text{ g}/100 \text{ ml}$ oder, falls das nicht möglich ist, **Phenolphthalein**-Lösung in Ethanol, Massenkonzentration, $\rho = 1 \text{ g}/100 \text{ ml}$ (CAS-Nummer: 1324-80-7).

ANMERKUNG 1 Phenolphthalein ist als CMR-Stoff eingestuft, während Thymolphthalein und Alkaliblau das nicht sind.

ANMERKUNG 2 Es ist ein Laborversuch durchgeführt worden, um die 3 Farbindikatoren zu vergleichen (siehe Anhang B).