DIN EN ISO 17678:2019-10 (D)

Milch und Milcherzeugnisse - Bestimmung der Reinheit des Milchfetts durch gaschromatographische Triglyceridanalyse (ISO 17678:2019); Deutsche Fassung EN ISO 17678:2019

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Vorwort 5

1 Anwendungsbereich 7

2 Normative Verweisungen 8

3 Begriffe 8

4 Kurzbeschreibung 8

5 Reagenzien 9

6 Geräte 9

7 Probenahme 11

8 Durchführung 11
8.1 Herstellung der Untersuchungsproben 11
8.1.1 Allgemeines 11
8.1.2 Isolierung aus Butter oder Butteröl 11
8.1.3 Extraktion nach dem gravimetrischen Verfahren nach Röse-Gottlieb 11
8.1.4 Extraktion aus Milch mit Kieselgel-Säulen 12
8.1.5 Extrahierung aus Käse 12
8.2 Herstellung der Fettprobenlösung 12
8.3 Chromatographische Triglyceridbestimmung 12
8.3.1 Basisliniendrift 12
8.3.2 Einspritztechnik 13
8.3.3 Kalibrierung 13
8.3.4 Chromatographische Bedingungen 14

9 Integration, Auswertung und Überwachung des analytischen Leistungsverhaltens 15

10 Berechnung und Auswertung der Ergebnisse 17
10.1 Triglyceridzusammensetzung 17
10.1.1 Berechnung 17
10.1.2 Angabe der Untersuchungsergebnisse 18
10.2 *S*-Werte 18
10.2.1 Berechnung 18
10.2.2 Angabe der Untersuchungsergebnisse 18
10.3 Nachweis von Fremdfett 18

11 Präzision 19
11.1 Ringversuch 19
11.2 Wiederholpräzision 19
11.3 Vergleichpräzision 20

12 Prüfbericht 20

Anhang A (normativ) Herstellung der gepackten Säule 21
A.1 Reagenzien und Materialien 21
A.2 Geräte 21

A.3 Silanisierung (Deaktivierung der Glasoberfläche) 22
A.4 Füllen 23
A.5 Konditionierung 23
Anhang B (informativ) Quantitative Bestimmung des Fremdfett-Gehalts 25
B.1 Allgemeines 25
B.2 Berechnung 26
B.3 Angabe der Untersuchungsergebnisse 27
Anhang C (informativ) Messunsicherheit 28
Anhang D (informativ) Ringversuch 29
Literaturhinweise 32

Bilder

Bild 1 — Beispiel für ein Triglycerid-Chromatogramm von Milchfett mit ordnungsgemäß festgelegter Basislinie 15
Bild 2 — Beispiel für ein Triglycerid-Chromatogramm von Milchfett mit nicht ordnungsgemäß festgelegter Basislinie 16
Bild A.1 — Vorrichtung für die Silanisierung 22
Bild A.2 — Spülvorrichtung 22
Bild A.3 — Füllen der Glassäule 23

Tabellen

Tabelle 1 — Variationskoeffizienten für die Gehalte an Triglyceriden 17
Tabelle 2 — *S*-Grenzwerte für reine Milchfette 19
Tabelle 3 — Wiederholgrenzen, *r*, für die Gleichungen (3) bis (7) 19
Tabelle 4 — Vergleichgrenzen, *R*, für die Gleichungen (3) bis (7) 20
Tabelle B.1 — 99 %-Nachweisgrenzen für den Zusatz von Fremdfett zu Milchfett, in Prozent 25
Tabelle B.2 — S_f-Werte für verschiedene Fremdfette 27
Tabelle C.1 — Erweiterte *S*-Grenzwerte für reine Milchfette einschließlich der erweiterten Messunsicherheit 28
Tabelle D.1 — Ergebnisse des Ringversuchs: Gleichung (3) 29
Tabelle D.2 — Ergebnisse des Ringversuchs: Gleichung (4) 30
Tabelle D.3 — Ergebnisse des Ringversuchs: Gleichung (5) 30
Tabelle D.4 — Ergebnisse des Ringversuchs: Gleichung (6) 31
Tabelle D.5 — Ergebnisse des Ringversuchs: Gleichung (7) 31