

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	— <i>S</i> -Grenzwerte für reine Milchfette.....	19
Tabelle 3	— Wiederholgrenzen, <i>r</i> , für die Gleichungen (3) bis (7).....	19
Tabelle 4	— Vergleichsgrenzen, <i>R</i> , 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	— <i>S_F</i> -Werte für verschiedene Fremdfette	27
Tabelle C.1	— Erweiterte <i>S</i> -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