

DGF-Einheitmethoden	Abteilung B – Fett-Rohstoffe
Ersetzt B-II 4b (87)	B-II 4b (25)

Rohfettgehalt

Petrolether-Methode II für Futtermittel

1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese DGF-Einheitmethode beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Rohfettgehaltes. Sie dient vorzugsweise zur Beurteilung der Qualität von Zwischenprodukten in der Ölsaatenverarbeitung und daraus gewonnenen Futtermitteln.

Sie wird neben der Methode B-II 4a angewendet, da nach futtermittelrechtlichen Vorschriften der Rohfettgehalt nach dieser Methode als Qualitätskriterium festgelegt und bei der amtlichen Futtermittelkontrolle vorgeschrieben ist.

Diese Methode ist anwendbar auf Extraktionsschrote, Pellets und Ölkuchen ebenso auf Futtermittel.

Sie ist nicht anwendbar auf Ölsaaten, dazu dient die Methode B-I 5 oder B-I 5c.

Anm: Diese Methode entspricht den Vorschriften der Verordnung (EG) Nr. 152/2009 der Kommission vom 27. Januar 2009 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln (Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft L 54 vom 26.02.2009) Anhang III Teil H „Bestimmung des Gehaltes an Rohölen und -fetten, Verfahren A“.

Die ebenfalls vielfach angewendete Restölbestimmung mit Petrolether als Extraktionslösemittel nach B-II 4a liefert nicht die gleichen Resultate wie die vorliegende Methode.

Abteilung B – Fett-Rohstoffe	DGF-Einheitsmethoden
B-II 4b (25)	Seite 2/8

2 Definition

Als Ölgehalt bezeichnet man die extrahierten Substanzen, die nach dieser Methode bestimmt wurden.

Der Ölgehalt wird als Massenanteil in Gramm pro 100 Gramm auf eine Dezimalstelle genau angegeben.

3 Prinzip der Methode

Die zerkleinerte Probe wird mit Petrolether in einer geeigneten Apparatur extrahiert. Der Extrakt wird durch Destillation vom Lösungsmittel befreit und der Rückstand nach dem Trocken gewogen.

4 Reagenzien

WARNUNG: Auf die Bestimmungen, die den Umgang mit gefährlichen Stoffen regeln, wird hingewiesen. Technische, organisatorische und persönliche Schutzmaßnahmen sind zu beachten.

Soweit nicht anders angegeben

- sind analysenreine Reagenzien zu verwenden;
- muss Wasser entweder destilliert oder von entsprechender Reinheit sein;
- ist unter Lösung eine wässrige Lösung zu verstehen.

4.1 Petrolether, Siedebereich 40–60 °C, Destillationsrückstand nicht mehr als 2 mg/100 mL.

Anm: Das durch Destillation aus dem Extrakt wiedergewonnene Lösungsmittel soll nicht für weitere Bestimmungen nach dieser Methode verwendet werden.

DGF-Einheitmethoden	Abteilung B – Fett-Rohstoffe
Seite 3/8	B-II 4b (25)

5 Geräte

- 5.1 Analysenwaage, Ablesbarkeit 0,0001 g, Wäagegenauigkeit 0,001 g;
- 5.2 Trockenschrank: Vakuumtrockenschrank, eingestellt auf 75 °C (± 3 °C) oder Lufttrockenschrank, eingestellt auf 100 °C (± 3 °C);
- 5.3 Extraktionshülse, 25 x 100 mm, diese müssen frei von petrolether-löslichen Stoffen sein;
- 5.4 Extraktionsapparat: nach Twisselmann mit Schliffverbindung, bestehend aus einem Stehkolben von 100 bis 200 mL Inhalt, einem Zwischenstück zur Aufnahme der Extraktionshülse und einem Rückflusskühler (Abb. 1);
- 5.5 Baumwollwatte, fettfrei;
- 5.6 Siedeperlen/-steine;
- 5.7 Heizplatte.

Anm: Für die Bestimmung nach dieser Methode ist eine Extraktions-apparatur nach Soxhlet gleichermaßen geeignet. Bei Verwendung einer solchen ist die Extraktion so einzustellen, dass das Lösungsmittel mindestens 10-mal in der Stunde abläuft.

6 Probe

6.1 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil dieser Methode. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in der DGF-Einheitmethode B-II 1 angegeben.

6.2 Vorbereitung der Endprobe

Die Probevorbereitung kann nach der DGF-Einheitmethode B-II 2 erfolgen.

7 Verfahren

- 7.1 Von der vorbereiteten Analysenprobe 5 g auf 1 mg genau in eine Extraktionshülse einwiegen und mit einem Wattebausch bedecken;
- 7.2 Die Extraktionshülse in das Zwischenstück des Extraktionsapparates einsetzen;
- 7.3 In einem bei 103 °C (± 3 °C) getrockneten und nach dem Abkühlen gewogenen Kolben die notwendige Menge Lösungsmittel geben, diesen mit dem Extraktionsapparat verbinden und auf einer Heizplatte erhitzen;
- 7.4 Die Heizplatte so regulieren, dass eine Durchtropfgeschwindigkeit von mind. 10 mL pro min eingehalten wird;
- 7.5 Nach sechsständiger Extraktion die Hauptmenge des Lösungsmittels abdestillieren, den Kolben von der Extraktionsapparatur trennen und etwa 5 min lang zum Abdampfen von Lösungsmittelresten auf der Heizplatte stehenlassen;
- 7.6 Den Kolben mit dem Öl 1,5 h lang im Trockenschrank trocknen und nach dem Abkühlen zurückwiegen;
- 7.7 Den Kolben weitere 30 min lang bei derselben Temperatur trocknen und nach dem Abkühlen nochmals wiegen. Die Differenz dieser beiden Wägungen soll nicht mehr als 1 mg betragen. Andernfalls sind Trocknung und Wiegung zu wiederholen. Die zuletzt ermittelte Masse des Extraktionskolbens ist aufzuschreiben;
- 7.8 Von derselben Probe zwei Parallelbestimmungen ausführen und den Mittelwert bilden.

DGF-Einheitmethoden	Abteilung B – Fett-Rohstoffe
Seite 5/8	B-II 4b (25)

8 Ergebnis der Bestimmung

8.1 Berechnung

Die Berechnung der Ölgehalte w in Gramm je 100 Gramm der Probe erfolgt nach der Formel:

$$w = \frac{(A - T) * 100}{E}$$

Hierin bedeuten:

A Masse des Kolbens mit Öl in Gramm;

T Masse des leeren Kolbens in Gramm;

E Masse der Probe in Gramm.

Das Ergebnis auf 1 Dezimalstelle genau angeben.

8.2 Wiederholgrenze (r)

Die Wiederholgrenze (r) ist derjenige Wert, kleiner oder gleich dem die absolute Differenz zwischen zwei Prüfergebnissen mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % unter Wiederholbedingungen erwartet werden kann.

Die Wiederholbedingungen beinhalten, dass die voneinander unabhängigen Prüfergebnisse mit demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial im selben Laboratorium (derselbe Bearbeiter, dieselben Geräte, innerhalb kurzer Zeitabstände) ermittelt werden.

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier paralleler Bestimmungen eines Analytikers darf, bei ein und derselben Probe, die folgende Werte nicht übersteigen:

- 0,2 % absolut bei einem Gehalt an Rohfett von unter 5 %,
- 4,0 % relativ zum höchsten Wert bei einem Gehalt an Rohfett zwischen 5 und 10 %,
- 0,4 % absolut bei einem Gehalt an Rohfett über 10 %.

Abteilung B – Fett-Rohstoffe	DGF-Einheitmethoden
B-II 4b (25)	Seite 6/8

8.3 Vergleichsgrenze (*R*)

Die Vergleichsgrenze (*R*) ist derjenige Wert, kleiner oder gleich dem die absolute Differenz zwischen zwei Analyseergebnissen mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % unter Vergleichbedingungen erwartet werden kann.

Die Vergleichbedingungen beinhalten, dass die voneinander unabhängigen Prüfergebnisse mit demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial in verschiedenen Laboratorien (verschiedene Bearbeiter, verschiedene Geräte, innerhalb kurzer Zeitabstände) ermittelt werden.

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier unterschiedlicher Laboratorien darf, bei ein und derselben Probe, die folgende Werte nicht übersteigen:

- 0,4 % absolut bei einem Gehalt an Rohfett von unter 5 %,
- 8,0 % relativ zum höchsten Wert bei einem Gehalt an Rohfett zwischen 5 und 10 %,
- 0,8 % absolut bei einem Gehalt an Rohfett über 10 %.

9 Analysenbericht

Das Ergebnis der Bestimmung ist unter Hinweis auf diese Methode anzugeben. Ferner sind alle Angaben zur Identifizierung der Probe, gegebenenfalls alle Arbeitsschritte, die nicht in der Methode erwähnt sind, im Protokoll aufzuführen.

DGF-Einheitmethoden	Abteilung B – Fett-Rohstoffe
Seite 7/8	B-II 4b (25)

10 Anhang

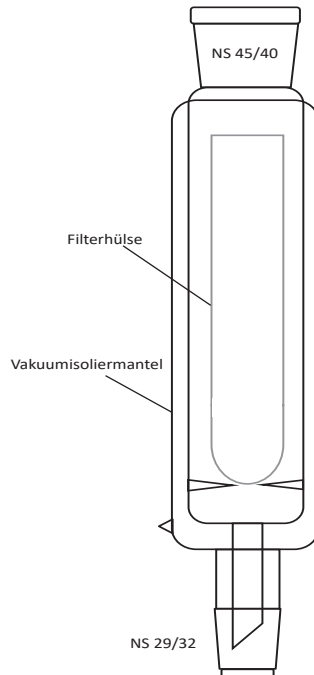


Abbildung 1: Glasaufsatz nach Twisselmann zur Extraktion mit Vakuüm-Isoliermantel, Einstiche zum Einsetzen einer Filterhülse mit Material zum Extrahieren, Anschluss unten mit Normschliff (NS) 29/32 für Rundkolben und oben mit NS 45/40 für Rückflusskühler mit Kühlwendel und zentrischer Abtropfnase.

11 Literatur

- [1] Verordnung (EG) Nr. 152/2009 der Kommission vom 27. Januar 2009 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln (Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaft L 54 vom 26.02.2009) Anhang III Teil H „Bestimmung des Gehaltes an Rohölen und -fetten, Verfahren A“.

12 Änderungen

In der überarbeiteten Fassung wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Methode redaktionell überarbeitet;
- b) Verweise aktualisiert;
- c) Abbildung für Extraktionseinsatz eingefügt.

DGF Standard Methods	Section B – Fatty Raw Materials
Page 1/8	B-II 4b (25)

Crude fat content

Petrolether-Method II

1 Scope and field of application

This DGF standard method specifies a procedure for determination of the crude fat content. It is preferably used to assess the quality of intermediate products in oilseed processing and feed-stuffs obtained from them.

It is used in addition to method B-II 4a, as the crude fat content according to this method is defined as a quality criterion under feed legislation and is prescribed for official feed control.

The method is applicable to extraction meal, pellets and oil cake as well as to animal feed.

The method is not applicable to oilseeds, for which method B-I 5 or B-I 5c is used.

Note: This method complies with the provisions of Commission Regulation (EC) No 152/2009 of 27 January 2009 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed (Official Journal of the European Communities L 54 of 26.02.2009) Annex III Part H 'Determination of crude oils and fats, procedure A'.

The frequently used residual oil determination with petroleum ether as extraction solvent according to B-II 4a does not provide the same results as the present method.

2 Definition

The crude fat content is defined as the extracted substances determined using this method.

The quantity is quoted in grams per 100 grams to one decimal place.

3 Principle of the method

The crushed sample is extracted with petroleum ether in a suitable apparatus. The solvent is removed from the extract by distillation and the residue is weighed after drying.

4 Reagents

Warning: Attention is drawn to the regulations which specify the handling of hazardous substances. Technical, organizational and personal safety measures shall be followed.

Unless otherwise stated

- analytically pure reagents shall be used;
- water shall be either distilled or of corresponding purity;
- a solution is understood to be an aqueous solution.

- 4.1 Petroleum ether, boiling range 40–60 °C, distillation residue not more than 2 mg/100 mL

Note: The solvent recovered from the extract by distillation should not be used for further determinations according to this method.

5 Apparatus

- 5.1 Analytical balance, readability 0.0001 g, weighing precision 0.001 g;

DGF Standard Methods	Section B – Fatty Raw Materials
Page 3/8	B-II 4b (25)

- 5.2 Drying oven: Vacuum drying oven, set to 75 °C (\pm 3 °C) or air-drying oven, set to 100 °C (\pm 3 °C);
- 5.3 Extraction thimble, 25 x 100 mm, these must be free of petroleum ether-soluble substances;
- 5.4 Extraction apparatus: according to Twisselmann with ground joint, consisting of a flat bottom flask with a capacity of 100 to 200 mL, an intermediate piece to hold the extraction thimble and a reflux condenser (Fig. 1);
- 5.5 Cotton wool, fat-free;
- 5.6 Boiling granules;
- 5.7 Heating plate.

Note: An extraction apparatus according to Soxhlet is equally suitable for the determination using this method. When using such an apparatus, the extraction must be set so, that the solvent runs off at least 10 times per hour.

6 Sample

6.1 Sampling

Sampling is not part of this method. A recommended sampling method is given in DGF standard method B-II 1.

6.2 Preparation of the test sample

Sample preparation can be carried out according to DGF unit method B-II 2.

7 Procedure

- 7.1 Weigh, to the nearest 0.1 mg, 5 g of the prepared analysis sample into an extraction thimble and cover with a cotton swab;

- 7.2 Insert the extraction thimble into the intermediate piece of the extraction apparatus;
- 7.3 Fill the required amount of solvent into a flask dried at 103 °C (± 3 °C) and weighed after cooling, connect it to the extraction apparatus and heat it on a heating plate;
- 7.4 Adjust the heating plate so, that a drip rate of at least 10 mL per min is maintained;
- 7.5 After six h of extraction, distil off the main quantity of solvent, disconnect the flask from the extraction apparatus and leave it on the heating plate for about 5 min to evaporate any residual solvent;
- 7.6 Dry the flask with the oil in the drying cabinet for 1.5 h and weigh it back after cooling;
- 7.7 Dry the flask for a further 30 min at the same temperature and weigh it again after cooling. The difference between these two weighings should not be more than 1 mg. Otherwise, repeat the drying and weighing. The last mass of the extraction flask determined must be recorded;
- 7.8 Carry out two parallel determinations of the same sample and calculate the mean value.

8 Result of the determination

8.1 Calculation

The oil content w in gram per 100 gram of the sample is given by the formula:

$$w = \frac{(A - T) * 100}{E}$$

where:

A is the mass of the flask with oil in grams;

T is the mass of the empty flask in grams;

E is the mass of the sample in grams;

The result is expressed to 1 decimal places.

8.3 Repeatability limit (r)

The repeatability limit (r) is the value less than or equal to the absolute difference between two test results which can be expected with a probability of 95 %, under repeatability conditions.

Repeatability conditions are defined as conditions under which test results are obtained with the same method, on identical test material, in the same laboratory, by the same operator, using the same equipment and reagents, within a short interval of time.

The difference between the results of two parallel determinations by one analyst for one and the same sample must not exceed the following values:

- 0.2 % in absolute value, for contents of crude oils and fats lower than 5 %,
- 4.0 % relative to the highest result for contents of 5 % to 10 %,
- 0.4 % in absolute value, for contents above 10 %.

8.4 Reproducibility limit (R)

The reproducibility limit (R) is the value less than or equal to the absolute difference between two test results which can be expected with a probability of 95 %, under reproducibility conditions.

Reproducibility conditions are defined as conditions under which test results are obtained with the same method, on identical test material, in different laboratories, by different operators, using different equipment and reagents, within a short interval of time.

The difference between the results of two different laboratories for one and the same sample must not exceed the following values:

- 0.4 % in absolute value, for contents of crude oils and fats lower than 5 %,

Section B – Fatty Raw Materials	DGF Standard Methods
B-II 4b (25)	Page 6/8

- 8.0 % relative to the highest result for contents of 5 % to 10 %,
- 0.8 % in absolute value, for contents above 10 %.

9 Test report

The result of the determination shall be stated in the report together with a reference to this method. Furthermore, the report shall include all details required to identify the sample, and, if necessary, all operations not specified within the method.

10 Annex

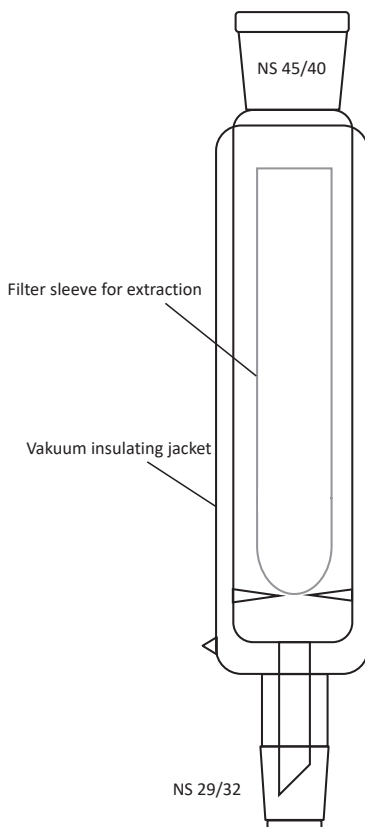


Figure 1: Glass top according to Twisselmann for extraction with vacuum insulating jacket, recesses for inserting a filter sleeve with material for extraction, connection at the bottom with standard ground joint (NS) 29/32 for round-bottom flasks and at the top with NS 45/40 for reflux condenser with cooling coil and centric drip-off nose.

11 Literature

- [1] Commission Regulation (EC) No 152/2009 of 27 January 2009 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feedingstuffs (Official Journal of the European Communities L 54 of 26.02.2009) Annex III Part H 'Determination of crude oil and fat content, method A'.

12 Changes

This revised standard method includes the following changes:

- a) Editorial amendments;
- b) Updated references;
- c) Figure for extraction apparatus added.