

**DURCHFÜHRUNGSVERORDNUNG (EU) Nr. 299/2013 DER KOMMISSION****vom 26. März 2013****zur Änderung der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 über die Merkmale von Olivenölen und Oliventresterölen sowie die Verfahren zu ihrer Bestimmung**

DIE EUROPÄISCHE KOMMISSION —

gestützt auf den Vertrag über die Arbeitsweise der Europäischen Union,

gestützt auf die Verordnung (EG) Nr. 1234/2007 des Rates vom 22. Oktober 2007 über eine gemeinsame Organisation der Agrarmärkte und mit Sondervorschriften für bestimmte landwirtschaftliche Erzeugnisse (Verordnung über die einheitliche GMO) <sup>(1)</sup>, insbesondere auf Artikel 113 Absatz 1 Buchstabe a und Artikel 121 Absatz 1 Buchstabe a in Verbindung mit Artikel 4,

in Erwägung nachstehender Gründe:

- (1) In der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 der Kommission vom 11. Juli 1991 über die Merkmale von Olivenölen und Oliventresterölen sowie die Verfahren zu ihrer Bestimmung <sup>(2)</sup> sind die chemischen und organoleptischen Merkmale von Olivenöl und Oliventresteröl sowie die Verfahren zur Bestimmung dieser Merkmale festgelegt. Diese Verfahren sollten auf der Grundlage der Stellungnahmen von Chemiesachverständigen und in Übereinstimmung mit den Arbeiten des Internationalen Olivenrates (im Folgenden „IOR“) aktualisiert werden.
- (2) Gemäß Artikel 113 Absatz 3 der Verordnung (EG) Nr. 1234/2007 prüfen die Mitgliedstaaten, ob Olivenöle und Oliventresteröle die in der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 festgelegten Vermarktungsnormen erfüllen und wenden gegebenenfalls Sanktionen an. Die Artikel 2 und 2a der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 enthalten detaillierte Regeln für solche Konformitätsprüfungen. Diese Regeln sollten gewährleisten, dass Olivenöl, für das eine Qualitätsnorm erstellt wurde, dieser Norm tatsächlich entspricht. Die Regeln sollten weiter ausgeführt und eine Risikoanalyse hinzugefügt werden. Für die Zwecke der Konformitätsprüfungen sollte der Begriff „vermarktetes Olivenöl“ definiert werden.
- (3) Die Erfahrung hat gezeigt, dass bestimmte Betrugsrisiken den Gesamtumfang des mit der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 gebotenen Verbraucherschutzes beeinträchtigen. Olivenölhalter sollten daher die Ein- und Ausgänge für jede Ölkategorie in einem Register erfassen. Um übermäßigen Verwaltungsaufwand zu vermeiden, ohne die Ziele des Olivenölregisters zu beeinträchtigen, sollte die Informationssammlung auf die Erzeugungsschritte bis zum Abfüllen des Olivenöls begrenzt werden.
- (4) Um Follow-up und Bewertung der Maßnahmen der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 zu gewährleisten, sollten die Mitgliedstaaten die Kommission nicht nur über die nationalen Umsetzungsmaßnahmen sondern auch über die Ergebnisse der Konformitätsprüfungen in Kenntnis setzen.
- (5) Um die Harmonisierung mit den vom IOR festgelegten internationalen Standards weiter voranzutreiben, sollten bestimmte in der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 enthaltene Analysemethoden aktualisiert werden. Die in Anhang XVIII der genannten Verordnung enthaltene Analysemethode sollte daher durch eine effizientere Methode ersetzt werden. Darüber hinaus sollten einige Inkohärenzen und Schwächen der in Anhang IX dargelegten Analysemethoden behoben werden.
- (6) Die Mitgliedstaaten benötigen einen Übergangszeitraum, um die in der vorliegenden Verordnung dargelegten neuen Regeln anzuwenden.
- (7) Die Kommission hat ein Informationssystem für die elektronische Verwaltung von Dokumenten und elektronische Verfahren im Rahmen ihrer internen Tätigkeit und der Beziehungen mit den für die Gemeinsame Agrarpolitik zuständigen Stellen entwickelt. Es wird davon ausgegangen, dass die in der Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 vorgesehenen Mitteilungspflichten im Rahmen dieses Systems gemäß der Verordnung (EG) Nr. 792/2009 der Kommission vom 31. August 2009 mit Durchführungsvorschriften zu den von den Mitgliedstaaten an die Kommission zu übermittelnden Informationen und Dokumenten im Zusammenhang mit der gemeinsamen Organisation der Agrarmärkte, den Regeln für Direktzahlungen, der Förderung des Absatzes von Agrarerzeugnissen und den Regelungen für die Regionen in äußerster Randlage und die kleineren Inseln des Ägäischen Meeres <sup>(3)</sup> erfüllt werden können.
- (8) Die Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 ist daher entsprechend zu ändern.
- (9) Der Verwaltungsausschuss für die gemeinsame Organisation der Agrarmärkte hat innerhalb der von seinem Vorsitzenden gesetzten Frist nicht Stellung genommen —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

*Artikel 1*

Die Verordnung (EWG) Nr. 2568/91 wird wie folgt geändert:

1. Artikel 2a erhält folgende Fassung:

*„Artikel 2a*

- (1) Für die Zwecke dieses Artikels bedeutet ‚vermarktetes Olivenöl‘ die Gesamtmenge an Olivenöl und Oliventresteröl eines Mitgliedstaats, die in dem Mitgliedstaat verbraucht oder aus diesem Mitgliedstaat ausgeführt wird.

<sup>(1)</sup> ABl. L 299 vom 16.11.2007, S. 1.<sup>(2)</sup> ABl. L 248 vom 5.9.1991, S. 1.<sup>(3)</sup> ABl. L 228 vom 1.9.2009, S. 3.

(2) Die Mitgliedstaaten sorgen dafür, dass selektiv, auf der Grundlage einer Risikoanalyse und mit angemessener Häufigkeit Konformitätsprüfungen durchgeführt werden, um sicherzustellen, dass das vermarktete Olivenöl der angegebenen Kategorie entspricht.

(3) Die Kriterien zur Beurteilung des Risikos können Folgendes umfassen:

- a) die Ölkategorie, den Erzeugungszeitraum, den Preis der Öle im Vergleich zu anderen Pflanzenölen, die Mischungs- und Verpackungsvorgänge, die Lagereinrichtungen und -bedingungen, das Ursprungsland, das Bestimmungsland, das Transportmittel oder den Umfang der Partie;
  - b) den Platz der Marktteilnehmer in der Vermarktungskette, Menge bzw. Wert der von ihnen vermarkteten Erzeugnisse, die Palette der von ihnen vermarkteten Ölkategorien, die Art des Unternehmens (Mühle, Lagerung, Raffination, Mischen, Verpacken oder Einzelhandelsverkauf);
  - c) Feststellungen bei vorangegangenen Kontrollen, einschließlich der Anzahl und Art der aufgedeckten Mängel, der marktüblichen Qualität der vermarkteten Öle, des Niveaus der verwendeten technischen Ausrüstung;
  - d) die Verlässlichkeit der Qualitätssicherungssysteme oder Eigenkontrollsysteme der Marktteilnehmer im Zusammenhang mit der Einhaltung der Vermarktungsnormen;
  - e) den Ort, an dem die Kontrolle durchgeführt wird, insbesondere, ob es sich um die Eingangszollstelle für das Gebiet der EU, die Ausgangszollstelle der EU oder den Ort handelt, an dem die Öle erzeugt, verpackt, verladen oder an den Endverbraucher verkauft werden;
  - f) jede andere Information, die auf ein Risiko der Nichtkonformität hinweisen könnte.
- (4) Die Mitgliedstaaten legen Folgendes im Voraus fest:
- a) die Kriterien für die Beurteilung des Risikos der Nichtkonformität der Partien;
  - b) auf der Grundlage einer Risikoanalyse für jede Risikokategorie die Mindestzahl der Marktteilnehmer oder Partien und/oder Mengen, die einer Konformitätsprüfung unterzogen werden.

Pro Jahr wird in den Mitgliedstaaten mindestens eine Konformitätsprüfung je Tausend Tonnen vermarktetes Olivenöl durchgeführt.

(5) Die Mitgliedstaaten prüfen die Konformität

- a) entweder durch die Durchführung der in Anhang I aufgeführten Analysen in beliebiger Reihenfolge oder
- b) nach der Reihenfolge des Anhangs Ib über den schematisierten Entscheidungsablauf, bis eine der in diesem Ablauf vorgesehenen Entscheidungen erreicht ist.“

2. Artikel 3 erhält folgende Fassung:

„Artikel 3

Wird festgestellt, dass ein Olivenöl nicht der beschriebenen Kategorie entspricht, so verhängt der betreffende Mitgliedstaat unbeschadet etwaiger anderer Sanktionen wirksame,

verhältnismäßige und abschreckende Maßnahmen, deren Umfang sich nach der Schwere der festgestellten Unregelmäßigkeit richtet.

Lassen die Prüfungen bedeutende Unregelmäßigkeiten erkennen, so erhöhen die Mitgliedstaaten die Häufigkeit der Kontrollen in Bezug auf Vermarktungsschritt, Ölkategorie, Ursprung oder andere Kriterien.“

3. Folgender Artikel 7a wird eingefügt:

„Artikel 7a

Die natürlichen und juristischen Personen sowie die Vereinigungen von Personen, in deren Besitz sich zur Ausübung ihres Berufes oder zu gewerblichen Zwecken Olivenöl und Oliventrestereöl von der Extraktion in der Mühle bis einschließlich zur Abfüllung befindet, sind verpflichtet, Ein- und Ausgangsbücher für jede Ölkategorie zu führen.

Die Mitgliedstaaten stellen sicher, dass die in Absatz 1 genannte Verpflichtung in vollem Umfang eingehalten wird.“

4. Artikel 8 erhält folgende Fassung:

„Artikel 8

(1) Die Mitgliedstaaten teilen der Kommission die Maßnahmen mit, die sie zur Durchführung dieser Verordnung getroffen haben. Sie unterrichten die Kommission auch über alle späteren diesbezüglichen Änderungen.

(2) Spätestens bis 31. Mai jedes Jahres übermitteln die Mitgliedstaaten der Kommission einen Bericht über die Durchführung dieser Verordnung im vorangegangenen Kalenderjahr. Der Bericht enthält mindestens die Ergebnisse der an Olivenölen durchgeführten Konformitätsprüfungen gemäß der Tabelle in Anhang XXI.

(3) Die in dieser Verordnung genannten Mitteilungen erfolgen nach der Verordnung (EG) Nr. 792/2009 der Kommission (\*).

(\*) ABl. L 228 vom 1.9.2009, S. 3.“

5. Anhang IX erhält die Fassung des Anhangs I der vorliegenden Verordnung.

6. Anhang XVIII erhält die Fassung des Anhangs II der vorliegenden Verordnung.

7. Anhang III der vorliegenden Verordnung wird als Anhang XXI angefügt.

Artikel 2

Diese Verordnung tritt am siebten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Union* in Kraft.

Sie gilt ab dem 1. Januar 2014. Artikel 8 Absatz 2 gilt jedoch ab dem 1. Januar 2015.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 26. März 2013

*Für die Kommission*

*Der Präsident*

José Manuel BARROSO

---

## ANHANG I

## „ANHANG IX

## UV-SPEKTROPHOTOMETRISCHE ANALYSE

## VORWORT

Die spektrophotometrische Analyse im Ultraviolettlicht kann Angaben über die Qualität eines Fettes, seine Haltbarkeit und die infolge technologischer Verfahren eingetretenen Veränderungen erbringen.

Die Absorption bei den in dem Verfahren vorgesehenen Wellenlängen ist bedingt durch konjugierte Dien- und Trien-Systeme. Die Absorption als spezifische Extinktion  $E^{1\%}_{1\text{cm}}$  angegeben (Extinktion einer 1%-igen Lösung des Fettes in dem vorgeschriebenen Lösungsmittel bei einer Schichtdicke von 1 cm). Sie wird üblicherweise als K bezeichnet (auch Extinktionskoeffizient genannt).

## 1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren beschreibt die Durchführung der spektrophotometrischen Untersuchung von Olivenöl (wie in der Anlage beschrieben) im Ultraviolettlicht.

## 2. PRINZIP

Das zu untersuchende Fett wird in dem vorgeschriebenen Lösungsmittel gelöst und die Extinktion der Lösung bei den vorgeschriebenen Wellenlängen im Vergleich zum reinen Lösungsmittel bestimmt. Die spezifischen Extinktionen werden mit Hilfe der abgelesenen spektrophotometrischen Werte errechnet. Die spezifische Absorption bei 232 nm und 268 nm in Isooktan oder 232 nm und 270 nm in Cyclohexan bei einer Konzentration von 1 g/100 ml in einer 10-mm-Küvette wird errechnet.

## 3. GERÄTE

3.1. Spektrophotometer zur Messung der Extinktion im UV-Licht zwischen 220 und 360 nm mit der Möglichkeit, einzelne nanometrische Einheiten abzulesen. Es wird empfohlen, vor der Verwendung die Wellenlängen- und Absorptionsskalen des Spektrometers wie folgt zu überprüfen.

3.1.1. *Wellenlängenskala:* Zur Überprüfung der Wellenlängenskala kann ein holmiumoxidhaltiges optisches Glasfilter, welches deutlich getrennte Absorptionsbänder aufweist, als Referenzmaterial verwendet werden. Das Referenzmaterial dient der Überprüfung und Kalibrierung der Wellenlängenskala von Spektrophotometern im sichtbaren und UV-Wellenlängenbereich mit einer nominellen spektralen Bandbreite von 5 nm oder weniger. Das Holmiumglasfilter wird im Absorptionsmodus im Wellenlängenbereich von 640 bis 240 nm gegen eine Leerküvette gemessen. Für jede spektrale Bandbreite (0,10-0,25-0,50-1,00-1,50-2,00 und 3,00) wird eine Basislinienkorrektur mit einem leeren Küvettenhalter vorgenommen. Die Wellenlängen der Spektralbänder sind im Zertifikat des Referenzmaterials in ISO 3656 aufgeführt.

3.1.2. *Absorptionsskala:* Zur Überprüfung der Absorptionsskala kann ein Referenzmaterial verwendet werden, das aus vier Lösungen von Kaliumdichromat in Perchlorsäure in vier UV-Quarzküvetten besteht, um die Linearität und photometrische Genauigkeit im Ultraviolettlicht zu messen. Die mit Kaliumdichromat gefüllten Küvetten (40 mg/ml, 60 mg/ml, 80 mg/ml und 100 mg/ml) werden gegen eine mit Perchlorsäure gefüllte Küvette gemessen. Die Nettoabsorptionswerte sind im Zertifikat des Referenzmaterials in ISO 3656 aufgeführt.

3.2. Rechteckige Quarzküvetten mit Deckel und einer optischen Länge von 1 cm. Die Extinktionen der mit Wasser oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel gefüllten Küvetten dürfen nicht mehr als 0,01 Einheiten voneinander abweichen.

3.3. 25-ml-Messkolben.

3.4. Analysenwaage, Ablesegenauigkeit 0,0001 g.

## 4. REAGENZIEN

Alle Reagenzien müssen analysenrein sein, sofern nicht anders angegeben.

Lösungsmittel: Isooktan (2,2,4-Trimethylpentan) für die Messung bei 232 nm und 268 nm oder Cyclohexan für die Messung bei 232 nm und 270 nm, mit einer Absorption kleiner als 0,12 bei 232 nm und kleiner als 0,05 bei 250 nm gegen destilliertes Wasser, gemessen in 10-mm-Küvetten.

## 5. VERFAHREN

5.1. Die zu untersuchende Probe muss absolut homogen und frei von suspendierten Verunreinigungen sein. Die bei Raumtemperatur flüssigen Öle werden bei einer Temperatur von etwa 30 °C über Papier filtriert. Die festen Fette werden homogenisiert und bei einer Temperatur von nicht höchstens 10 °C über ihrem Schmelzpunkt filtriert.

- 5.2. Etwa 0,25 g der so vorbereiteten Probe in einen 25-ml-Messkolben einwiegen (auf 1 mg genau), mit dem vorgeschriebenen Lösungsmittel auffüllen und homogenisieren. Die so hergestellte Lösung muss absolut klar sein. Wenn die Lösung trüb ist oder Verunreinigungen enthält, muss schnell über Papier filtriert werden.
- 5.3. Mit der so hergestellten Lösung wird eine Küvette gefüllt und die Extinktion bei der entsprechenden Wellenlänge zwischen 232 und 276 nm gemessen, wobei das Lösungsmittel als Referenzlösung verwendet wird.

Die abgelesenen Extinktionen müssen im Bereich von 0,1 bis 0,8 liegen; andernfalls müssen die Messungen unter Verwendung von entsprechend stärker konzentrierten oder verdünnten Lösungen wiederholt werden.

ANMERKUNG: Es ist gegebenenfalls nicht notwendig, die Absorption über den gesamten Wellenlängenbereich zu messen.

## 6. ABFASSUNG DER ERGEBNISSE

- 6.1. Angegeben werden die bei den verschiedenen Wellenlängen bestimmten spezifischen Extinktionen (Extinktionskoeffizienten), die wie folgt zu berechnen sind:

$$K_{\lambda} = \left( \frac{E_{\lambda}}{c \cdot s} \right)$$

Dabei bedeuten:

$K_{\lambda}$  = die spezifische Extinktion (Extinktionskoeffizient) bei der Wellenlänge  $\lambda$ ,

$E_{\lambda}$  = die bei der Wellenlänge  $\lambda$  gemessene Extinktion;

$c$  = die Konzentration der Lösung in g/100 ml;

$s$  = die Länge der Quarzküvetten in cm.

Die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.

## 6.2. Veränderung der spezifischen Extinktion ( $\Delta K$ )

Die spektrophotometrische Untersuchung von Olivenöl nach dem amtlichen Verfahren der Rechtsvorschriften der Union sieht auch die Bestimmung der Veränderung des Absolutwerts der spezifischen Extinktion ( $\Delta K$ ) gemäß folgender Formel vor:

$$\Delta K = \left| K_m - \left( \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2} \right) \right|$$

Dabei ist  $K_m$  die spezifische Extinktion bei der Wellenlänge  $m$ , der Wellenlänge für die maximale Absorption je nach verwendetem Lösungsmittel: 270 für Cyclohexan und 268 für Isooktan.

## MERKMALE VON OLIVENÖLEN

Kategorie	Fettsäuremethylester (FAME) und Fettsäureethylester (FAEE)	Säuregehalt (%) (*)	Peroxidzahl mEq O <sub>2</sub> /kg (*)	Wachse mg/kg (**)	2-Glycerinmonopalmitat (%)	Stigmastadien mg/kg (1)	ECN42-Differenz zwischen HPLC-Messwert und theoretischer Berechnung	K <sub>232</sub> (*)	K <sub>270</sub> (*) 'K 270 or K 268 (3)	Delta-K (*) (5)	Sensorische Prüfung Fehlermedian (*)	Sensorische Prüfung Fruchtigkeitsmedian (Mf) (*)
1. Natives Olivenöl extra	Σ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg oder 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE ≤ 150 mg/kg und (FAEE/FAME) ≤ 1,5	≤ 0,8	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 if total palmitic acid % ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01	Md = 0	Mf > 0
					1,0 if total palmitic acid % > 14 %							
2. Natives Olivenöl	—	≤ 2,0	≤ 20	≤ 250	≤ 0,9 if total palmitic acid % ≤ 14 %	≤ 0,10	≤ 0,2	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01	Md ≤ 3,5	Mf > 0
					≤ 1,0 if total palmitic acid % > 14 %							
3. Lampantöl	—	> 2,0	—	≤ 300 (3)	≤ 0,9 if total palmitic acid % ≤ 14 %	≤ 0,50	≤ 0,3	—	—	—	Md > 3,5 (2)	—
					≤ 1,1 if total palmitic acid % > 14 %							
4. Raffiniertes Olivenöl	—	≤ 0,3	≤ 5	≤ 350	≤ 0,9 if total palmitic acid % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 1,10	≤ 0,16	—	—
					≤ 1,1 if total palmitic acid % > 14 %							
5. Olivenöl bestehend aus raffinierten und nativen Olivenölen	—	≤ 1,0	≤ 15	≤ 350	≤ 0,9 if total palmitic acid % ≤ 14 %	—	≤ 0,3	—	≤ 0,90	≤ 0,15	—	—
					≤ 1,0 if total palmitic acid % > 14 %							
6. Rohes Oliventresteröl	—	—	—	> 350 (4)	≤ 1,4	—	≤ 0,6	—	—	—	—	—
7. Raffiniertes Oliventresteröl	—	≤ 0,3	≤ 5	> 350	≤ 1,4	—	≤ 0,5	—	≤ 2,00	≤ 0,20	—	—
8. Oliventresteröl	—	≤ 1,0	≤ 15	> 350	≤ 1,2	—	≤ 0,5	—	≤ 1,70	≤ 0,18	—	—

(1) Summe der mittels Kapillarsäule (nicht) abtrennbaren Isomere.

(2) Oder wenn der Fehlermedian höchstens 3,5 beträgt und der Fruchtigkeitsmedian gleich 0 ist.

(3) Öl mit einem Wachsegehalt zwischen 300 mg/kg und 350 mg/kg wird als Lampantöl eingestuft, wenn der Gesamtgehalt an aliphatischen Alkoholen höchstens 350 mg/kg oder der Gehalt an Erythrodiol und Uvaol höchstens 3,5 % beträgt.

(4) Öl mit einem Wachsegehalt zwischen 300 mg/kg und 350 mg/kg wird als rohes Oliventresteröl eingestuft, wenn der Gesamtgehalt an aliphatischen Alkoholen über 350 mg/kg und der Gehalt an Erythrodiol und Uvaol über 3,5 % beträgt.

(5) K 270 bei Lösungsmittel Cyclohexan, K 268 bei Lösungsmittel Isooktan.“

## ANHANG II

## „ANHANG XVIII

**BESTIMMUNG DER DIFFERENZ ZWISCHEN DEM TATSÄCHLICHEN UND DEM THEORETISCHEN GEHALT AN TRIGLYCERIDEN MIT ECN 42**

## 1. ZWECK

Bestimmung der absoluten Differenz zwischen dem mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) ermittelten Gehalt des Olivenöls an Triglyceriden (TAG) mit der äquivalenten Kohlenstoffzahl 42 (ECN<sub>42-HPLC</sub>) und dem auf der Grundlage der Fettsäurezusammensetzung berechneten theoretischen Gehalt an Triglyceriden mit der äquivalenten Kohlenstoffzahl 42 (ECN<sub>42-theoretisch</sub>).

## 2. ANWENDUNGSBEREICH

Diese Norm ist anwendbar auf Olivenöle. Das Verfahren dient dem Nachweis kleiner Mengen von (linolsäure-reichen) Saatölen in Olivenölen aller Kategorien..

## 3. PRINZIP

Der mit Hilfe der HPLC-Analyse bestimmte Gehalt an Triglyceriden mit ECN 42 und der (auf der Grundlage der gaschromatographisch bestimmten Fettsäurezusammensetzung berechnete) theoretische Gehalt an Triglyceriden mit ECN 42 stimmen bei reinen Ölen bis zu einem gewissen Grad überein. Unterschiede, die über den für jeden Typ von Öl festgelegten Werten liegen, deuten darauf hin, dass das Öl Saatöle enthält.

## 4. VERFAHREN

Die Methode für die Berechnung des theoretischen Gehalts an Triglyceriden mit ECN 42 und der Differenz zwischen diesem und den HPLC-Daten besteht im Wesentlichen aus dem Vergleich von Analysedaten, die mit Hilfe anderer Methoden gewonnen wurden. Drei Verfahrensstufen sind zu unterscheiden: Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung durch Kapillarsäulengaschromatographie, Berechnung des theoretischen Zusammensetzung der Triglyceride mit ECN 42 und HPLC-Bestimmung der Triglyceride mit ECN 42.

## 4.1. Geräte

4.1.1. 250- und 500-ml-Rundkolben.

4.1.2. 100-ml-Bechergläser.

4.1.3. Chromatographiesäule aus Glas, 21 mm innerer Durchmesser, 450 mm Länge, mit Hahn und Normschliffhülle am oberen Ende.

4.1.4. Scheidetrichter 250 ml Inhalt, mit Normschliffkern am unteren Ende, geeignet zum Verbinden mit dem oberen Ende der Säule.

4.1.5. Glasstab, 600 mm Länge.

4.1.6. Glastrichter, 80 mm Durchmesser.

4.1.7. 50-ml-Messkolben.

4.1.8. 20-ml-Messkolben.

4.1.9. Rotationsverdampfer.

4.1.10. Hochleistungsflüssigchromatograph mit Säulenofen zur Regelung der Säulentemperatur.

4.1.11. Einspritzsystem mit 10- $\mu$ l-Probenschleife.

4.1.12. Detektor: Differentialrefraktometer. Im Bereich der höchsten Empfindlichkeit müssen wenigstens  $10^{-4}$  Einheiten des Brechungsindex erreicht werden.

4.1.13. Säule: Säule aus rostfreiem Stahl, 250 mm Länge und 4,5 mm Innendurchmesser, gefüllt mit Kieselgel (Partikelgröße 5  $\mu$ m) mit einer durchschnittlichen Kohlenstoffbelegung von 22–23 % in Form von Octodecylsilan.

4.1.14. Datenverarbeitungssoftware.

4.1.15. Phiolen mit etwa 2 ml Inhalt mit teflonbeschichtetem Septum und Schraubverschluss.

## 4.2. Reagenzien

Die Reagenzien müssen analysenrein sein. Die Fließmittel müssen entgast sein. Sie können mehrere Male wiederverwendet werden, ohne dass dadurch die Trennleistungen beeinflusst werden.

- 4.2.1. Petrolether (40–60 °C) für die Chromatografie oder Hexan.
- 4.2.2. Diethylether, peroxidfrei, frisch destilliert.
- 4.2.3. Elutionsmittel zur Reinigung des Öls mittels Säulenchromatografie: Mischung aus Petrolether und Diethylether im Verhältnis 87/13 (v/v).
- 4.2.4. Kieselgel, 70–230 mesh, Typ Merck 7734, standardisiert auf einem Wassergehalt von 5 % (w/w).
- 4.2.5. Glaswatte.
- 4.2.6. Aceton für die HPLC.
- 4.2.7. Acetonitril oder Propionitril für die HPLC.
- 4.2.8. HPLC-Fließmittel: Acetonitril + Aceton (das Mischungsverhältnis ist so einzustellen, dass damit die gewünschte Trennung erzielt wird; man beginnt mit einem Mischungsverhältnis von 1:1) oder Propionitril.
- 4.2.9. Lösungsmittel: Aceton.
- 4.2.10. Referenztriglyceride: Es können handelsübliche Triglyceride (Tripalmitin, Triolein usw.) verwendet werden, wobei ein Diagramm aus den Retentionszeiten und den äquivalenten Kohlenstoffzahlen aufgezeichnet wird, oder es werden Referenzchromatogramme von Sojaöl, einer Mischung von Sojaöl/Olivenöl (30:70) und reinem Olivenöl erstellt (siehe Anmerkungen 1 und 2 und Abbildungen 1 bis 4).
- 4.2.11. Festphasenextraktionssäule mit Kieselgelphase 1 g, 6 ml.

#### 4.3. Vorbereitung der Proben

Da einige störende Substanzen zu falschen positiven Ergebnissen führen können, muss die Probe immer nach der IUPAC-Methode 2.507, die für die Bestimmung polarer Verbindungen in Bratfetten verwendet wird, gereinigt werden.

##### 4.3.1. Vorbereitung der Chromatographiesäule

Etwa 30 ml Fließmittel (4.2.3) in die Säule (4.1.3) geben, Glaswattebausch (4.2.5) einführen und mit Hilfe des Glasstabs (4.1.5) bis auf den Grund der Säule schieben.

In einem 100-ml-Becherglas 25 g Kieselgel (4.2.4) in 80 ml Elutionsmittel (4.2.3) suspendieren, dann mit Hilfe eines Glasrichters (4.1.6) in die Säule geben.

Zur restlosen Überführung des Kieselgels in die Säule ist das Becherglas mit dem Elutionsmittel zu spülen und die Spülflüssigkeit ebenfalls in die Säule zu geben.

Hahn öffnen und soviel Fließmittel ablaufen lassen, bis der Fließmittelspiegel etwa 1 cm über dem Kieselgel liegt.

##### 4.3.2. Säulenchromatografie

In einem 50-ml-Meßkolben (4.1.7) werden auf 0,001 g genau  $2,5 \pm 0,1$  g filtriertes, homogenisiertes und erforderlichenfalls entwässertes Öl eingewogen.

Die Einwaage wird in etwa 20 ml Elutionsmittel (4.2.3) gelöst; erforderlichenfalls leicht erwärmen, damit sich das Öl besser löst. Auf Raumtemperatur erkalten lassen und mit Elutionsmittel auffüllen.

Mit Hilfe einer Meßpipette werden 20 ml der Lösung in die gemäß 4.3.1 vorbereitete Säule gegeben; Hahn öffnen und das Elutionsmittel bis zur Kieselgelschicht ablaufen lassen.

Mit Hilfe von 150 ml Elutionsmittel (4.2.3) bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von etwa 2 ml/Minute eluieren, so dass 150 ml die Säule in 60 bis 70 Minuten durchströmen.

Eluat in einem zuvor im Ofen austarierten und genau gewogenen 250-ml-Rundkolben (4.1.1) auffangen. Lösungsmittel unter Unterdruck in einem Rotationsverdampfer (4.1.9) entfernen und Rückstand wägen, der zur Herstellung der Lösung für die HPLC-Analyse und für die Bereitung der Methylesterzubereitung verwendet wird.

Nach Durchlaufen der Säule muss im Fall von nativem Olivenöl extra, nativem Olivenöl, gewöhnlichem nativem Olivenöl, raffiniertem Olivenöl und Olivenöl die Probe zu 90 %, im Fall von Lampantöl und Tresteröl mindestens zu 80 % zurückgewonnen werden.

#### 4.3.3. *Reinigung mittels Festphasenextraktion*

Die Kieselgel-Festphasenextraktionssäule wird durch Durchlauf von 6 ml Hexan (4.2.3) unter Unterdruck aktiviert, wobei ein Trockenfallen zu vermeiden ist.

0,12 g  $\pm$  0,001 g werden in einer 2-ml-Phiole (4.1.15) eingewogen und in 0,5 ml Hexan (4.2.3) gelöst.

Die Festphasenextraktionssäule wird mit der Lösung befüllt und mit 10 ml Hexan-Diethylether-Mischung im Verhältnis 87: 13 (v/v) (4.2.3) unter Unterdruck eluiert.

Die aufgefangene Fraktion wird in einem Rotationsverdampfer (4.1.9) unter Unterdruck bei Raumtemperatur zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird in 2 ml Aceton (4.2.6) für die Triglyceridanalyse gelöst.

#### 4.4. **HPLC-Analyse**

##### 4.4.1. *Vorbereitung der Proben für die Chromatografieanalyse*

Von der zu analysierenden Probe wird eine 5%ige Lösung hergestellt, indem 0,5 g  $\pm$  0,001 g der Probe in einen 10-ml-Messkolben eingewogen und mit dem Lösungsmittel (4.2.9) auf 10 ml aufgefüllt werden.

##### 4.4.2. *Verfahren*

Das HPLC-Gerät in Betrieb setzen. Das Fließmittel (4.2.8) mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 1,5 ml/Minute durch die Säule pumpen, um das gesamte System zu spülen.

Sobald eine stabile Basislinie erreicht ist, werden 10  $\mu$ l der gemäß 4.3 hergestellten Proben eingespritzt.

##### 4.4.3. *Berechnung und Abfassung der Ergebnisse*

Es wird vorausgesetzt, dass die Summe der Peakflächen aller Triglyceride mit ECN 42 bis ECN 52 100 % entspricht (Flächenprozentmethode).

Der relative Anteil eines jeden Triglycerids berechnet sich nach folgender Formel:

% Triglycerid = Peakfläche  $\times$  100/Summe der Peakflächen.

Die Ergebnisse werden mit mindestens zwei Dezimalstellen angegeben.

Siehe Anmerkungen 1 bis 4.

#### 4.5. **Berechnung der Triglyceridzusammensetzung (Mol %) anhand der Daten zur Fettsäurezusammensetzung (Flächen %)**

##### 4.5.1. *Bestimmung der Fettsäurezusammensetzung*

Die Fettsäurezusammensetzung wird nach ISO 5508 unter Verwendung einer Kapillarsäule bestimmt. Die Methylster werden gemäß COI/T.20/Doc. No 24 vorbereitet.

##### 4.5.2. *Berechnungsrelevante Fettsäuren*

Die Triglyceride werden nach ihrer äquivalenten Kohlenstoffzahl (ECN) unter Berücksichtigung folgender ECN/Fettsäureäquivalenzen zusammengefasst. Nur Fettsäuren mit 16 und 18 Kohlenstoffatomen werden berücksichtigt, da nur sie bei Olivenöl von Bedeutung sind. Die Fettsäuren sind auf 100 % zu normalisieren.

Fettsäure (FS)	Abkürzung	Molekulargewicht (MG)	ECN
Palmitinsäure	P	256,4	16
Palmitoleinsäure	Po	254,4	14
Stearinsäure	S	284,5	18
Ölsäure	O	282,5	16
Linolsäure	L	280,4	14
Linolensäure	Ln	278,4	12

##### 4.5.3. *Umrechnung der prozentualen Fläche in Mol für alle Fettsäuren (1)*

$$\text{Mol P} = \frac{\% \text{ Fläche P}}{\text{MG P}}$$

$$\text{Mol S} = \frac{\% \text{ Fläche S}}{\text{MG S}}$$

$$\text{Mol Po} = \frac{\% \text{ Fläche Po}}{\text{MG Po}}$$

$$\text{Mol O} = \frac{\% \text{ Fläche O}}{\text{MG O}}$$

$$\text{Mol L} = \frac{\% \text{ Fläche L}}{\text{MG L}}$$

$$\text{Mol Ln} = \frac{\% \text{ Fläche Ln}}{\text{MG Ln}}$$

## 4.5.4. Normalisierung der Fettsäuren auf 100 % (2)

$$\text{Mol \% P (1,2,3)} = \frac{\text{Mol P} * 100}{\text{Mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{Mol \% S (1,2,3)} = \frac{\text{Mol S} * 100}{\text{Mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{Mol \% Po (1,2,3)} = \frac{\text{Mol Po} * 100}{\text{Mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{Mol \% O (1,2,3)} = \frac{\text{Mol O} * 100}{\text{Mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{Mol \% L (1,2,3)} = \frac{\text{Mol L} * 100}{\text{Mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

$$\text{Mol \% Ln (1,2,3)} = \frac{\text{Mol Ln} * 100}{\text{Mol (P + S + Po + O + L + Ln)}}$$

Als Ergebnis erhält man den prozentualen Anteil jeder Fettsäure in Molprozent in (1,2,3-) Positionen der TAG.

Anschließend wird die Summe der gesättigten Fettsäuren P und S (SFA) sowie der ungesättigten Fettsäuren Po, O, L und Ln (UFA) berechnet (3):

$$\text{Mol \% SFA} = \text{Mol \% P} + \text{Mol \% S}$$

$$\text{Mol \% UFA} = 100 - \text{Mol \% SFA}$$

## 4.5.5. Berechnung der Fettsäurezusammensetzung in 2- und 1,3-Stellung der TAG

Die Fettsäuren werden wie folgt in drei Gruppen eingeteilt: eine Gruppe für 2-Stellung und zwei gleiche Gruppen für 1- und 3-Stellung, wobei unterschiedliche Koeffizienten für gesättigte (P und S) und ungesättigte Fettsäuren (Po, O, L und Ln) verwendet werden.

## 4.5.5.1. Gesättigte Fettsäuren in 2-Stellung [P (2) und S (2)] (4)

$$\text{Mol \% P(2)} = \text{Mol \% P(1,2,3)} * 0,06$$

$$\text{Mol \% S(2)} = \text{Mol \% S(1,2,3)} * 0,06$$

## 4.5.5.2. Ungesättigte Fettsäuren in 2-Stellung [PO(2), O(2), L(2) und Ln(2)] (5):

$$\text{Mol \% Po(2)} = \frac{\text{Mol \% Po(1,2,3)}}{\text{Mol \% UFA}} * (100 - \text{Mol \% P(2)} - \text{Mol \% S(2)})$$

$$\text{Mol \% O(2)} = \frac{\text{Mol \% O(1,2,3)}}{\text{Mol \% UFA}} * (100 - \text{Mol \% P(2)} - \text{Mol \% S(2)})$$

$$\text{Mol \% L(2)} = \frac{\text{Mol \% L(1,2,3)}}{\text{Mol \% UFA}} * (100 - \text{Mol \% P(2)} - \text{Mol \% S(2)})$$

$$\text{Mol \% Ln(2)} = \frac{\text{Mol \% Ln(1,2,3)}}{\text{Mol \% UFA}} * (100 - \text{Mol \% P(2)} - \text{Mol \% S(2)})$$

## 4.5.5.3. Fettsäuren in 1,3-Stellung [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) und Ln(1,3)] (6):

$$\text{Mol \% P(1,3)} = \frac{\text{Mol \% P(1,2,3)} - \text{Mol \% P(2)}}{2} + \text{Mol \% P(1,2,3)}$$

$$\text{Mol \% S(1,3)} = \frac{\text{Mol \% S(1,2,3)} - \text{Mol \% S(2)}}{2} + \text{Mol \% S(1,2,3)}$$

$$\text{Mol \% Po(1,3)} = \frac{\text{Mol \% Po(1,2,3)} - \text{Mol \% Po(2)}}{2} + \text{Mol \% Po(1,2,3)}$$

$$\text{Mol \% O(1,3)} = \frac{\text{Mol \% O(1,2,3)} - \text{Mol \% O(2)}}{2} + \text{Mol \% O(1,2,3)}$$

$$\text{Mol \% L(1,3)} = \frac{\text{Mol \% L(1,2,3)} - \text{Mol \% L(2)}}{2} + \text{Mol \% L(1,2,3)}$$

$$\text{Mol \% Ln(1,3)} = \frac{\text{Mol \% Ln(1,2,3)} - \text{Mol \% Ln(2)}}{2} + \text{Mol \% Ln(1,2,3)}$$

#### 4.5.6. Berechnung der Triglyceride (TAG)

##### 4.5.6.1. TAG mit einer Fettsäure (AAA, hier LLL, PoPoPo) (7)

$$\text{Mol \% AAA} = \frac{\text{Mol \% A(1,3)} * \text{Mol \% A(2)} * \text{Mol \% A(1,3)}}{10\ 000}$$

##### 4.5.6.2. TAG mit zwei Fettsäuren (AAB, hier PoPoL, PoLL) (8)

$$\text{Mol \% AAB} = \frac{\text{Mol \% A(1,3)} * \text{Mol \% A(2)} * \text{Mol \% B(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

$$\text{Mol \% ABA} = \frac{\text{Mol \% A(1,3)} * \text{Mol \% B(2)} * \text{Mol \% A(1,3)}}{10\ 000}$$

##### 4.5.6.3. TAG mit drei unterschiedlichen Fettsäuren (ABC, hier OLLn, PLLn, PoOLn, PPOLn) (9)

$$\text{Mol \% ABC} = \frac{\text{Mol \% A(1,3)} * \text{Mol \% B(2)} * \text{Mol \% C(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

$$\text{Mol \% BCA} = \frac{\text{Mol \% B(1,3)} * \text{Mol \% C(2)} * \text{Mol \% A(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

$$\text{Mol \% CAB} = \frac{\text{Mol \% C(1,3)} * \text{Mol \% A(2)} * \text{Mol \% B(1,3)} * 2}{10\ 000}$$

##### 4.5.6.4. ECN42-haltige Triglyceride

Die folgenden Triglyceride mit ECN42 werden nach den Formeln 7, 8 und 9 in der Reihenfolge der bei der HPLC erwarteten Elution (normalerweise nur drei Peaks) berechnet.

LLL

PoLL und das Positionsisomer LPoL

OLLn und die Positionsisomere OLnL und LnOL

PoPoL und das Positionsisomer PoLPo

PoOLn und die Positionsisomere OPoLn und OLnPo

PLLn und die Positionsisomere LLnP und LnPL

PoPoPo

SLnLn und das Positionsisomer LnSLn

PPOLn und die Positionsisomere PLnPo und PoPLn

Die Triglyceride mit ECN42 ergeben sich aus der Summe der neun Triacylglyceride einschließlich ihrer Positionsisomere. Die Ergebnisse werden mit mindestens zwei Dezimalstellen angegeben.

## 5. AUSWERTUNG DER ERGEBNISSE

Der rechnerisch bestimmte theoretische Gehalt und der durch die HPLC-Analyse bestimmte Gehalt werden verglichen. Liegt die Differenz zwischen den Absolutwerten der HPLC-Daten und den theoretischen Daten über den in der Norm für die jeweilige Ölkategorie angegebenen Werten, so enthält die Probe Saatöl.

Die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.

## 6. BEISPIEL (DIE NUMMERN BEZIEHEN SICH AUF DIE BETREFFENDEN TEXTABSCHNITTE DES VERFAHRENS)

## — 4.5.1. Berechnung der Molprozentage der Fettsäuren aus den GLC-Daten (normalisierte Flächenprozentage)

Die Gaschromatographie ergibt folgende Fettsäurezusammensetzung:

FS	P	S	Po	O	L	Ln
MG	256,4	284,5	254,4	282,5	280,4	278,4
% Fläche	10,0	3,0	1,0	75,0	10,0	1,0

## — 4.5.3 Umrechnung der prozentualen Fläche in Mol für alle Fettsäuren (siehe Formel (1))

$$\text{Mol P} = \frac{10}{256,4} = 0,03900 \text{ Mol P}$$

$$\text{Mol S} = \frac{3}{284,5} = 0,01054 \text{ Mol S}$$

$$\text{Mol Po} = \frac{1}{254,4} = 0,00393 \text{ Mol Po}$$

$$\text{Mol O} = \frac{75}{282,5} = 0,26549 \text{ Mol O}$$

$$\text{Mol L} = \frac{10}{280,4} = 0,03566 \text{ Mol L}$$

$$\text{Mol Ln} = \frac{1}{278,4} = 0,00359 \text{ Mol Ln}$$

$$\text{Insgesamt} = 0,35821 \text{ Mol TAG}$$

## — 4.5.4 Normalisierung der Fettsäuren auf 100 % (siehe Formel (2))

$$\text{Mol \% P(1,2,3)} = \frac{0,03900 \text{ Mol P} * 100}{0,35821 \text{ Mol}} = 10,887 \%$$

$$\text{Mol \% S(1,2,3)} = \frac{0,01054 \text{ Mol S} * 100}{0,35821 \text{ Mol}} = 2,942 \%$$

$$\text{Mol \% Po(1,2,3)} = \frac{0,00393 \text{ Mol Po} * 100}{0,35821 \text{ Mol}} = 1,097 \%$$

$$\text{Mol \% O(1,2,3)} = \frac{0,26549 \text{ Mol O} * 100}{0,35821 \text{ Mol}} = 74,116 \%$$

$$\text{Mol \% L(1,2,3)} = \frac{0,03566 \text{ Mol L} * 100}{0,35821 \text{ Mol}} = 9,955 \%$$

$$\text{Mol \% Ln(1,2,3)} = \frac{0,00359 \text{ Mol Ln} * 100}{0,35821 \text{ Mol}} = 1,002 \%$$

$$\text{Mol \% insgesamt} = 100 \%$$

Summe der gesättigten und ungesättigten Fettsäuren in 1,2,3-Stellung der TAG (siehe Formel (3)):

$$\text{Mol \% SFA} = 10,887 \% + 2,942 \% = \mathbf{13,829 \%}$$

$$\text{Mol \% UFA} = 100,000 \% - 13,829 \% = \mathbf{86,171 \%}$$

## — 4.5.5 Berechnung der Zusammensetzung der Fettsäuren in 2- und 1,3-Stellung der TAG

## — 4.5.5.1 Gesättigte Fettsäuren in 2-Stellung [P(2) und S(2)] (siehe Formel (4))

$$\text{Mol \% P(2)} = 10,887 \% * 0,06 = 0,653 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% S(2)} = 2,942 \% * 0,06 = 0,177 \text{ Mol \%}$$

## — 4.5.5.2 Ungesättigte Fettsäuren in 2-Stellung [Po(1,3), O(1,3), L(1,3) und Ln(1,3)] (siehe Formel (5))

$$\text{Mol \% Po(2)} = \frac{1,097 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 1,262 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% O(2)} = \frac{74,116 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 85,296 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% L(2)} = \frac{9,955 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 11,457 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% Ln(2)} = \frac{1,002 \%}{86,171 \%} * (100 - 0,653 - 0,177) = 1,153 \text{ Mol \%}$$

## — 4.5.5.3 Fettsäuren in 1,3-Stellung [P(1,3), S(1,3), Po(1,3), O(1,3), L(1,3) und Ln(1,3)] (siehe Formel (6))

$$\text{Mol \% P(1,3)} = \frac{10,887 - 0,653}{2} + 10,887 = 16,004 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% S(1,3)} = \frac{2,942 - 0,177}{2} + 2,942 = 4,325 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% Po(1,3)} = \frac{1,097 - 1,262}{2} + 1,097 = 1,015 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% O(1,3)} = \frac{74,116 - 85,296}{2} + 74,116 = 68,526 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% L(1,3)} = \frac{9,955 - 11,457}{2} + 9,955 = 9,204 \text{ Mol \%}$$

$$\text{Mol \% Ln(1,3)} = \frac{1,002 - 1,153}{2} + 1,002 = 0,927 \text{ Mol \%}$$

## — 4.5.6. Berechnung der Triglyceride (TAG)

Anhand der berechneten Zusammensetzung der Fettsäuren in sn-2- und sn-1,3-Stellung

FS in	1,3-Stellung	2-Stellung
P	16,004 %	0,653 %
S	4,325 %	0,177 %
Po	1,015 %	1,262 %
O	68,526 %	85,296 %
L	9,204 %	11,457 %
Ln	0,927 %	1,153 %
Insgesamt	100,0 %	100,0 %

werden folgende Triglyceride rechnerisch bestimmt:

LLL

PoPoPo

PoLL mit 1 Positionsisomer

SLnLn mit 1 Positionsisomer

PoPoL mit 1 Positionsisomer

PPoLn mit 2 Positionsisomeren

OLLn mit 2 Positionsisomeren

PLLn mit 2 Positionsisomeren

PoOLn mit 2 Positionsisomeren

— 4.5.6.1. TAG mit einer Fettsäure (LLL, PoPoPo) (siehe Formel (7))

$$\text{Mol \% LLL} = \frac{9,204 \% * 11,457 \% * 9,204 \%}{10\ 000} = \mathbf{0,09706 \text{ Mol LLL}}$$

$$\text{Mol \% PoPoPo} = \frac{1,015 \% * 1,262 \% * 1,015 \%}{10\ 000} = \mathbf{0,00013 \text{ Mol PoPoPo}}$$

— 4.5.6.2 TAG mit zwei Fettsäuren (PoLL, SLnLn, PoPoL) (siehe Formel (8))

$$\text{Mol \% PoLL + LLPo} = \frac{1,015 \% * 11,457 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,02141$$

$$\text{Mol \% LPoL} = \frac{9,204 \% * 1,262 \% * 9,204 \%}{10\ 000} = 0,01069$$

**0,03210 Mol PoLL**

$$\text{Mol \% SLnLn + LnLnS} = \frac{4,325 \% * 1,153 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,00092$$

$$\text{Mol \% LnSLn} = \frac{0,927 \% * 0,177 \% * 0,927 \%}{10\ 000} = 0,00002$$

**0,00094 Mol SLnLn**

$$\text{Mol \% PoPoL + LPoPo} = \frac{1,015 \% * 1,262 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,00236$$

$$\text{Mol \% PoLPo} = \frac{1,015 \% * 11,457 \% * 1,015 \%}{10\ 000} = 0,00118$$

**0,00354 Mol PoPoL**

— 4.5.6.3 TAG mit drei unterschiedlichen Fettsäuren (PoPLn, OLLn, PLLn, PoOLn) siehe Formel (9)

$$\text{Mol \% PPLn} = \frac{16,004 \% * 1,262 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,00374$$

$$\text{Mol \% LnPPo} = \frac{0,927 \% * 0,653 \% * 1,015 \% * 2}{10\ 000} = 0,00012$$

$$\text{Mol \% PoLnP} = \frac{1,015 \% * 1,153 \% * 16,004 \% * 2}{10\ 000} = 0,00375$$

**0,00761 Mol PPLn**

$$\text{Mol \% OLLn} = \frac{68,526 \% * 11,457 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,14556$$

$$\text{Mol \% LnOL} = \frac{0,927 \% * 85,296 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,14555$$

$$\text{Mol \% LLnO} = \frac{9,204 \% * 1,153 \% * 68,526 \% * 2}{10\ 000} = 0,14544$$

**0,43655 Mol OLLn**

$$\text{Mol \% PLLn} = \frac{16,004 \% * 11,457 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,03399$$

$$\text{Mol \% LnPL} = \frac{0,927 \% * 0,653 \% * 9,204 \% * 2}{10\ 000} = 0,00111$$

$$\text{Mol \% LLnP} = \frac{9,204 \% * 1,153 \% * 16,004 \% * 2}{10\ 000} = 0,03397$$

**0,06907 Mol PLLn**

$$\text{Mol \% PoOLn} = \frac{1,015 \% * 85,296 \% * 0,927 \% * 2}{10\ 000} = 0,01605$$

$$\text{Mol \% LnPoO} = \frac{0,927 \% * 1,262 \% * 68,526 \% * 2}{10\ 000} = 0,01603$$

$$\text{Mol \% OLnPo} = \frac{68,526 \% * 1,153 \% * 1,015 \% * 2}{10\ 000} = 0,01604$$

**0,04812 Mol PoOLn**

**ECN42 = 0,69512 Mol TAGs**

*Anmerkung 1:* Die Reihenfolge der Elution kann durch Berechnung der äquivalenten Kohlenstoffzahlen (ECN) bestimmt werden, die häufig durch die Beziehung  $ECN = CN - 2n$  definiert sind. Hierbei ist CN die Zahl der Kohlenstoffatome und n die Zahl der Doppelbindungen. Durch Berücksichtigung des Ursprungs der Doppelbindungen kann sie noch genauer bestimmt werden. Wenn  $n_o$ ,  $n_l$  und  $n_{ln}$  die Zahlen der Doppelbindungen sind, die der Öl-, Linol- bzw. Linolensäure zugeordnet sind, so kann die äquivalente Kohlenstoffzahl nach folgender Formel berechnet werden:

$$ECN = CN - d_o n_o - d_l n_l - d_{ln} n_{ln}$$

Die Koeffizienten  $d_o$ ,  $d_l$  und  $d_{ln}$  können mit Hilfe der Referenztriglyceride berechnet werden. Unter den in dieser Methode beschriebenen Bedingungen gilt näherungsweise folgende Beziehung:

$$ECN = CN - (2,60 n_o) - (2,35 n_l) - (2,17 n_{ln})$$

*Anmerkung 2:* Mit Hilfe verschiedener Triglyceride kann die Auflösung für Triolein unter Verwendung der reduzierten Retentionszeit  $RT^1 = RT - RT$  Lösungsmittel wie folgt berechnet werden:

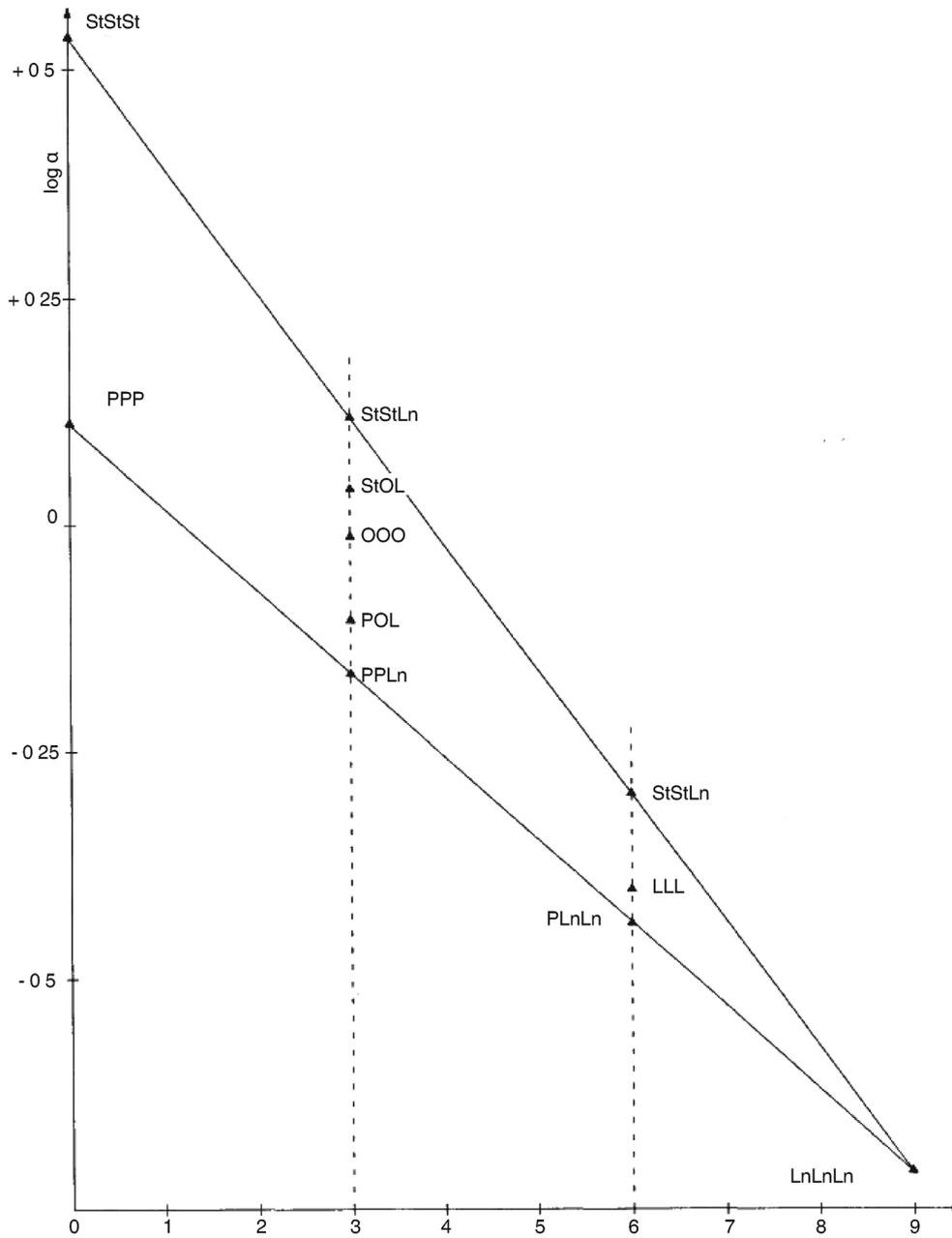
$$\alpha = RT^1 / RT \text{ Triolein}$$

Der Graph von  $\log \alpha$  gegen f (Zahl der Doppelbindungen) ermöglicht es, die Retentionswerte aller Triglyceride zu bestimmen, die Fettsäuren enthalten, die in den Referenztriglyceriden vorkommen (siehe Abbildung 1).

*Anmerkung 3:* Die Trennfähigkeit der Säule muss eine klare Trennung des Trilinolein-Peaks von den Peaks der Triglyceride mit wenig unterschiedlicher Retentionszeit ermöglichen. Die Elution wird bis zum ECN52-Peak durchgeführt.

*Anmerkung 4:* Eine korrekte Bestimmung der Flächen aller für die Bestimmung interessierenden Peaks wird dadurch sichergestellt, dass der zweite Peak mit ECN50 50 % des Vollausschlags des Rekorders erreicht.

Abbildung 1

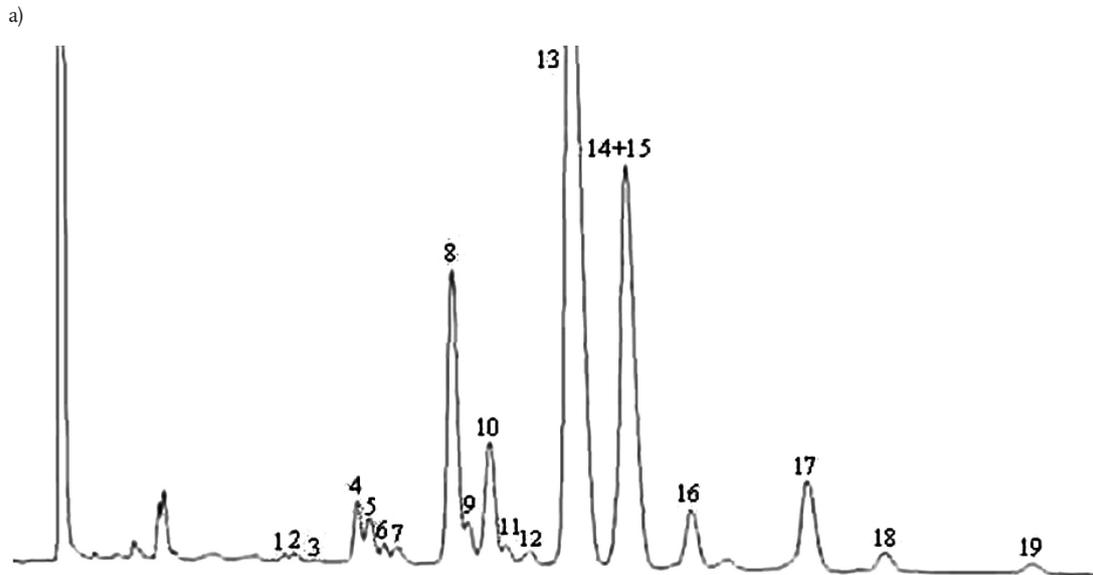
Graphische Darstellung von  $\log \alpha$  als Funktion von  $f$  (Zahl der Doppelbindungen)

Anzahl der Doppelbindungen

La: Laurinsäure; My: Myristinsäure; P: Palmitinsäure; S: Stearinsäure; O: Ölsäure; L: Linolsäure; Ln: Linolensäure

Abbildung 2

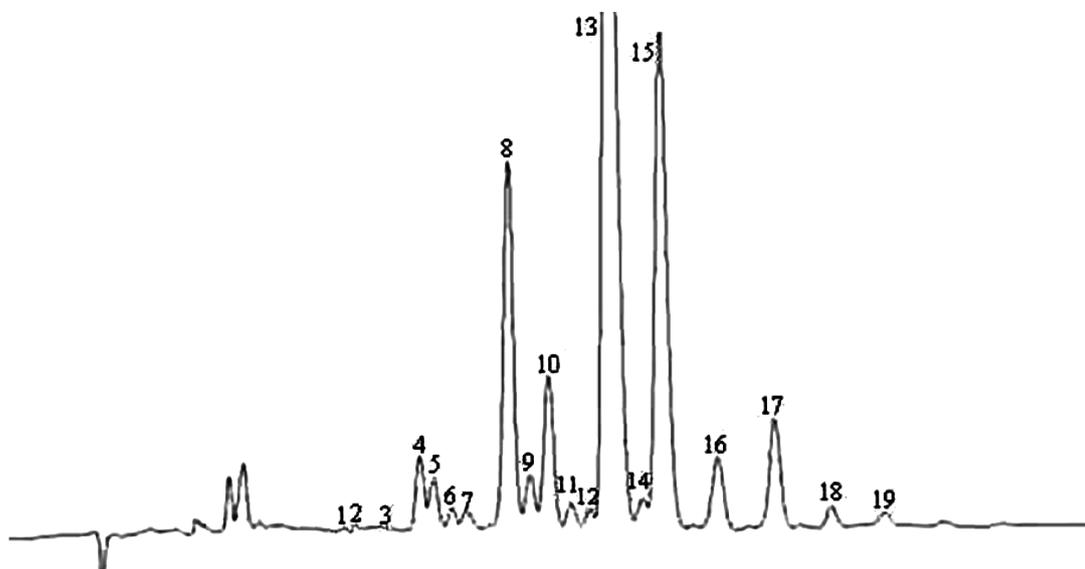
## Olivenöl mit niedrigem Linolsäuregehalt



Mit Lösungsmittel: Aceton/Acetonitril.

PROFIL a: Hauptkomponenten der chromatografischen Peaks: **ECN42**: (1) LLL + PoLL; (2) OLLn + PoOLn; (3) PLLn; **ECN44**: (4) OLL + PoOL; (5) OOLn + PLL; (6) POLn + PPOPo; (7) OOL + PoOO; **ECN46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO + PoPP; (14 + 15) SOL + POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS + SLS.

b)

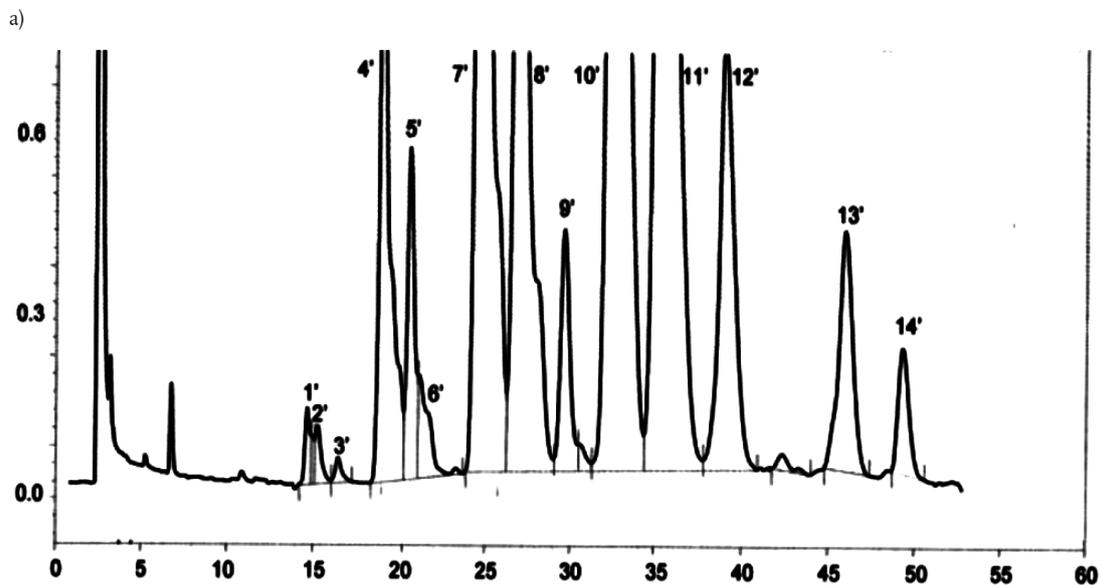


Mit Lösungsmittel: Propionitril

PROFIL b: Hauptkomponenten der chromatografischen Peaks: **ECN42**: (1) LLL; (2) OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN44**: (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPOl; **ECN46**: (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; (12) PLP; **ECN48**: (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50**: (17) SOO; (18) POS + SLS

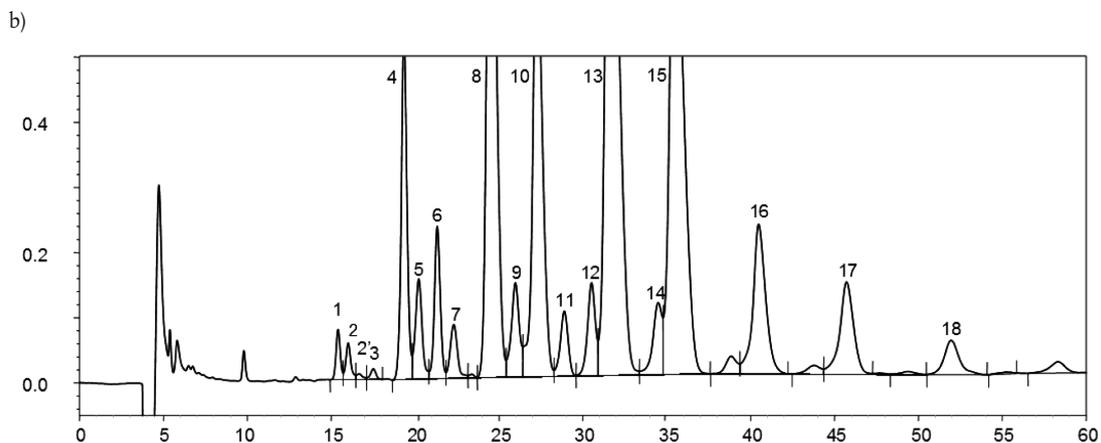
Abbildung 3

## Olivenöl mit hohem Linolsäuregehalt



Mit Lösungsmittel: Aceton/Acetonitril (50:50).

Profil a: Hauptkomponenten der chromatografischen Peaks: **ECN42:** (1') LLL + PoLL; (2') OLLn + PoOLn; (3') PLLn; **ECN44:** (4') OLL + PoOL; (5') OOLn + PLL; (6') POLn + PPOPo; **ECN46:** (7') OOL + PoOO; (8') PLO + SLL + PoOP; (9') PLP + PoPP; **ECN48:** (10') OOO; (11') POO + SLL + PPOo; (12') POP + PLS; **ECN50:** (13') SOO; (14') POS + SLS



Mit Lösungsmittel: Propionitril.

Profil b: Hauptkomponenten der chromatografischen Peaks: **ECN42:** (1) LLL; (2 + 2') OLLn + PoLL; (3) PLLn; **ECN44:** (4) OLL; (5) OOLn + PoOL; (6) PLL + PoPoO; (7) POLn + PPOPo + PPOl; **ECN46:** (8) OOL + LnPP; (9) PoOO; (10) SLL + PLO; (11) PoOP + SPoL + SOLn + SPoPo; **ECN48:** (12) PLP; (13) OOO + PoPP; (14) SOL; (15) POO; (16) POP; **ECN50:** (17) SOO; (18) POS + SLS; **ECN52:** (19) AOO.“

ANHANG III

„ANHANG XXI

**Ergebnisse der durchgeführten Konformitätskontrollen von Olivenölen gemäß Artikel 8 Absatz 2**

				Kennzeichnung						Chemische Parameter			Sensorische Merkmale <sup>(4)</sup>			Endergebnis	
Stichprobe	Kategorie	Ursprungsland	Ort der Inspektion <sup>(1)</sup>	Offizielle Bezeichnung	Ursprungsbezeichnung	Lagerungsbedingungen	Falsche Informationen	Lesbarkeit	K/NK <sup>(3)</sup>	Parameter außerhalb der Grenzwerte J/N	Wenn ja, Angabe der Parameter <sup>(2)</sup>	K/NK <sup>(3)</sup>	Fehlermedian	Fruchtigkeitsmedian	K/NK <sup>(3)</sup>	Erforderliche Maßnahme	Sanktion

<sup>(1)</sup> Binnenmarkt (Mühle, Abfüller, Einzelhandel), Ausfuhr, Einfuhr.  
<sup>(2)</sup> Jedes Merkmal des Olivenöls gemäß Anhang I erhält einen Code.  
<sup>(3)</sup> Konform/Nicht konform.  
<sup>(4)</sup> Nicht erforderlich für Olivenöl und Tresteröl.“