

DIN EN 14103

ICS 67.200.10

Entwurf

Einsprüche bis 2018-10-17
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14103:2015-05

**Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen –
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Bestimmung des Ester-Gehaltes und des Gehaltes an
Linolensäure-Methylester;
Deutsche und Englische Fassung prEN 14103:2018**

Fat and oil derivatives –

Fatty Acid Methyl Esters (FAME) –

Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents;
German and English version prEN 14103:2018

Produits dérivés des corps gras –

Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) –

Détermination de la teneur en ester et en ester méthylique de l'acide linoléique;
Version allemande et anglaise prEN 14103:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-08-17 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 stellungnahme@fam-hamburg.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49, Überseering 40, 22297 Hamburg.

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 38 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP
DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14103:2018) wurde vom 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 Gremium ist der Unterausschuss NA 062-06-32-01 UA „Prüfung von FAME“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

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.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14103:2015-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Hinweis auf den in den Geltungsbereich aufgenommenen natürlichen Nonadecansäure-Methylester;
- b) Prüfung auf Reinheit des zugesetzten Nicht-Decansäure-Methylesters;
- c) GC-Bedingungen für die interne Standardfindung hinzugefügt;
- d) Berechnung der Ergebnisse durch Einbeziehung des theoretischen Flammenionisationsdetektor-Korrekturfaktors (TCF);
- e) neuer Ringversuch durchgeführt und Präzision angepasst;
- f) neue Proben Chromatogramme aufgenommen und ergänzt;
- g) Berechnung des Musters der Fettsäure-Methylester als informativer Anhang C;
- h) Dokument redaktionell überarbeitet.

Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen — Fettsäure-Methylester (FAME) — Bestimmung des Ester-Gehaltes und des Gehaltes an Linolensäure-Methylester

Produits dérivés des corps gras — Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) — Détermination de la teneur en ester et en ester méthylique de l'acide linoléinique

Fat and oil derivatives — Fatty Acid Methyl Esters (FAME) — Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Chemikalien	4
6 Geräte	5
7 Probenahme	5
8 Durchführung	5
8.1 Betriebsbedingungen	5
8.2 Bestimmung der Reinheit des internen Standards	6
8.3 FAME Probenvorbereitung und Analyse	6
8.4 Identifizierung	7
9 Berechnung der Ergebnisse	7
9.1 Bestimmung des Estergehaltes	7
9.2 Bestimmung des Linolensäuremethylestergehaltes	9
9.3 Berechnung der Ergebnisse	9
10 Präzision	9
10.1 Ringversuch	9
10.2 Wiederholbarkeit	10
10.3 Vergleichbarkeit	10
11 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Chromatogramme von FAME-Proben – Bestimmung des Estergehaltes – Analysebedingungen	11
Anhang B (informativ) Ringversuchsergebnisse	15
Anhang C (informativ) Berechnung des Musters der Fettsäuremethylester	17
Literaturhinweise	18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14103:2018) wurde vom 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 CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14103:2011 ersetzen.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

- a) im Anwendungsbereich wurde eine Anmerkung zu natürlichem Methyl-Nonadecanoat hinzugefügt;
- b) Überprüfung der Reinheit von Methyl-Nonadecanoat wurde hinzugefügt;
- c) GC-Bedingungen für die Bestimmung des internen Standards wurden hinzugefügt;
- d) die Berechnung der Ergebnisse wurde durch Einbeziehung des theoretischen Korrekturfaktors für den Flammenionisationsdetektor (TCF) überarbeitet;
- e) ein neuer Ringversuch wurde durchgeführt und die Präzision wurde übernommen;
- f) neue Beispielchromatogramme wurden aufgezeichnet und hinzugefügt;
- g) die Berechnung des Musters der Fettsäuremethylester wurde als informativer Anhang C aufgenommen;
- h) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren für die Bestimmung des Estergehaltes in Fettsäuremethylester (FAME) fest, die als Blendkomponente für Dieseldieselkraftstoff Verwendung finden. Darüber hinaus ermöglicht das Verfahren auch, den Gehalt an Linolensäuremethylester zu bestimmen. Mit diesem Verfahren lässt sich sicherstellen, dass der Estergehalt in Fettsäuremethylester größer als 90 % (m/m) ist und der Gehalt an Linolensäure zwischen 1 % (m/m) und 15 % (m/m) ist.

Dieses Prüfverfahren ist für Methylester mit einer Kettenlänge von C6 bis C24 anwendbar.

ANMERKUNG 1 Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz der Ausdruck „% (m/m)“ und für den Volumenanteil einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

ANMERKUNG 2 Dieses Verfahren wurde für FAME-Proben aus üblichen Rohstoffen ausgearbeitet. Bei FAME-Proben aus einem nicht identifizierten Rohstoff wird eine Lösung der Untersuchungsprobe ohne Zugabe eines internen Standards hergestellt, um das Nichtvorhandensein von natürlichem Methyl-Nonadecanoat nachzuweisen.

ANMERKUNG 3 Die Verteilung von Fettsäuremethylestern ist in Anhang C angeführt.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Verfahrens kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Verfahren beansprucht nicht, alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln, es liegt jedoch in der Verantwortung des Anwenders vor der Anwendung angemessene Maßnahmen hinsichtlich Sicherheit und Gesundheit zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Kurzbeschreibung

Der prozentuale Fettsäuremethylestergehalt und der prozentuale Linolensäuremethylester-Gehalt in der Probe werden gaschromatographisch mit Hilfe eines internen Standards (Methyl-Nonadecanoat) bestimmt.

5 Chemikalien

Sofern nicht anders festgelegt, dürfen nur Reagenzien von analytisch anerkannter Reinheit verwendet werden.

5.1 Toluol, zur Analyse.

5.2 Methyl-Nonadecanoat (FAME C19), für GC geeignete Reinheit min. 99,0 % (m/m).

Die Reinheit von Methyl-Nonadecanoat muss nach dem in 6.2 beschriebenen Verfahren für jede neue Charge überprüft werden.

Der Standard muss bei Raumtemperatur trocken aufbewahrt werden (z. B. in einem Exsikkator), um eine Absorption von Wasser möglichst zu vermeiden. Wenn eine neue Charge des Standards geöffnet ist, muss der Wassergehalt über eine Karl-Fischer Titration überprüft werden.

5.3 Trägergas, Wasserstoff oder Helium.

5.4 Hilfsgase:

- Luft;
- Wasserstoff.

6 Geräte

Es ist übliches Laborgerät einzusetzen, insbesondere die nachfolgenden Geräte.

6.1 Gaschromatograph, mit einem Injektionssystem mit einstellbarem Splitverhältnis, programmierbarer Temperaturkontrolle und einem Flammenionisationsdetektor.

6.2 Kapillarsäule, belegt mit Polyethylenglykol (Carbowax 20M) als stationäre Phase. Maße von 30 m Länge, Innendurchmesser 0,25 mm und Filmdicke 0,25 µm haben sich als geeignet erwiesen.

Andere als mit Polyethylenglykol belegte stationäre Phasen sollten vor dem Gebrauch überprüft werden, da Co-Elution zwischen dem internen Standard (FAME C19) und anderen Fettsäuremethylestern auftreten kann.

ANMERKUNG Es gibt in der Tat eine Co-Elution von FAME C19 und Linolensäuremethylester (FAME C18:2), wenn eine Säule mit einer stationären Phase wie 70 % Cyanopropyl-Polysilphenylen-Siloxan (BPX70) eingesetzt wird.

6.3 Einweg-Probenzylinder mit Einwegstopfen aus Kunststoff, Fassungsvermögen: 10 ml.

6.4 Pipette, Fassungsvermögen: 10 ml.

6.5 Analytische Waage, mit Fehlergrenzen von $\pm 0,1$ mg.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Teil des in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in EN ISO 5555 [1] festgelegt.

8 Durchführung

8.1 Betriebsbedingungen

Die Wahl der chromatographischen Bedingungen erfolgt unter Berücksichtigung der Säulencharakteristik und des Trägergases (Wasserstoff oder Helium).

Die nachfolgenden Einstellungen sind als Beispiel aufgeführt:

- Säulentemperatur: 60 °C für 2 min halten, dann programmiertes Heizen mit 10 °C/min bis 200 °C, danach programmiertes Heizen mit 5 °C/min bis 240 °C, Endtemperatur halten für 7 min;
- Temperatur des Injektors und des Detektors: 250 °C;

- Durchfluss für das Trägergas 1 ml/min bis 2 ml/min, bei der höchsten Temperatur muss ein Mindestdurchfluss von 1 ml/min garantiert sein.
- Injektionsvolumen: 1 µl;
- Wasserstoffdruck = 70 kPa;
- Splitdurchfluss = 100 ml/min.

8.2 Bestimmung der Reinheit des internen Standards

Es wird eine Lösung von ungefähr 1 mg/ml Methyl-Nonadecanoat in Toluol hergestellt. 1 µl dieser Lösung wird gaschromatographisch auf einer kurzen Dünnschicht-Kapillarsäule mit On-column-Injektor oder einem vergleichbaren Aufgabesystem und Flammenionisationsdetektion unter den nachstehend beschriebenen Bedingungen analysiert. Unter denselben Bedingungen wird 1 µl Toluol analysiert, um nachzuweisen, dass die Verunreinigungen nicht von dem Lösemittel stammen. Die Reinheit von Methyl-Nonadecanoat wird unter Berücksichtigung aller Signale im Chromatogramm, allerdings ohne Einbeziehung des Lösemittelsignals, berechnet.

Die Reinheit von Methyl-Nonadecanoat sollte bei der Berechnung des FAME-Gehalts (siehe 9.1) berücksichtigt werden.

GC-Bedingungen für die Bestimmung des internen Standards:

- Kapillarsäule, programmierbar bis auf 400 °C („Hochtemperatursäule“) mit den nachfolgend empfohlenen Eigenschaften: 100 % Dimethylpolysiloxan oder 95 % Dimethyl - 5 % Diphenylpolysiloxan als stationäre Phase, Länge 15 m, Innendurchmesser 0,32 mm, Filmdicke 0,1 µm;
- Säulentemperatur: 50 °C für 1 min halten, programmierter Temperaturanstieg mit 15 °C/min bis auf 180 °C, programmierter Temperaturanstieg mit 7 °C/min bis auf 230 °C, programmierter Temperaturanstieg mit 10 °C/min bis auf 370 °C; Endtemperatur für 15 min halten;
- Detektortemperatur: 380 °C;
- Trägergasdruck (Wasserstoff): 80 kPa;
- Injektionsvolumen: 1 µl.

8.3 FAME Probenvorbereitung und Analyse

Ungefähr 250 mg der homogenisierten Probe werden auf $\pm 0,1$ mg in einen 10-ml-Probenzylinder (6.3) eingewogen und etwa 100 mg Methyl-Nonadecanoat (5.2) auf $\pm 0,1$ mg zugegeben; anschließend wird mit 10 ml Toluol (5.1) verdünnt.

Proben und Standard sollten mindestens drei Stunden vor dem Abwägen in geschlossenen Behältern bei Umgebungstemperatur aufbewahrt werden, um Absorption von Wasser bei der Einwaage einzuschränken.

Bei FAME-Proben aus einem nicht identifizierten Rohstoff sollte eine Lösung der Untersuchungsprobe ohne Zugabe eines internen Standards nach 8.3 hergestellt werden, um das Nichtvorhandensein von natürlichem Methyl-Nonadecanoat nachzuweisen. Falls Methyl-Nonadecanoat natürlicherweise vorhanden ist, sollte seine Fläche von der Fläche des hinzugefügten internen Standards subtrahiert werden.

Anschließend wird 1 µl dieser Lösung unter den in (8.1) beschriebenen gaschromatographischen Bedingungen analysiert.

8.4 Identifizierung

Die gaschromatographischen Bedingungen (Injektionsmenge, Ofentemperatur, Trägergasdruck und Splitdurchfluss) sind so einzustellen, dass die Signale für die Methylester der Lignocerinsäure (C24:0) und Nervonsäure (C24:1) korrekt dargestellt sind.

Die Integration muss beginnend mit dem Signal des Methyl-Hexanoats (C6:0) bis hin zum Signal des Methylesters der Nervonsäure (C24:1) vorgenommen werden, dabei sind alle Signale einzubeziehen. Zur einwandfreien Identifizierung der einzelnen Fettsäuremethylester dürfen kommerziell erhältliche Lösungen eingesetzt werden.

Wenn aus Fetten von Wiederkäuern hergestellte FAME vorhanden sind, können einige kleinere zusätzliche Signale (FAME mit ungeradzahligen Ketten, verzweigte iso- und anteiso-FAME) festgestellt werden. Sie verkörpern die normale Zusammensetzung dieser tierischen Fette und müssen berücksichtigt werden, selbst wenn sie nicht identifiziert wurden.

Auch das Vorhandensein von aus Altspeiseöl hergestelltem Biodiesel kann zum Vorliegen unbekannter Signale aufgrund Bildung von Stellungs- und geometrischen FAME-Isomeren während der Wärmebehandlung beim Braten/Frittieren führen. In diesem Fall müssen auch die zugehörigen Peakflächen berücksichtigt werden.

ANMERKUNG Falls einige schmale unbekannte Signale (andere als von Methylestern der gesättigten und einfach ungesättigten Fettsäuren) zwischen den Signalen von Linolensäuremethylester (C18:3) und Nervonsäuremethylester (C24:1) aufgefunden werden, kann auf die Gegenwart von Fischöl in der Probe geschlossen werden.

Vom Grundsatz her erfolgt die Elution mit zunehmender Anzahl der Kohlenstoff-Kettenlänge, wobei ungesättigte Fettsäuremethylester nach den jeweiligen gesättigten eluiert werden.

9 Berechnung der Ergebnisse

9.1 Bestimmung des Estergehaltes

Der Estergehalt C wird nach Gleichung (1) als Massenanteil in Prozent (% (m/m)) berechnet.

$$C = \frac{\sum(A_X \times R_X) - A_{EI}}{A_{EI}} \times \frac{W_{EI}}{W} \times P \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

- A_X die Peakfläche eines einzelnen Methylesters X in der Untersuchungsprobe (von C6:0 bis C24:1);
- R_X der theoretische Korrekturfaktor für den Flammenionisationsdetektor (TCF) für FAME X bezogen auf den internen Standard (C19:0);
- A_{EI} die Peakfläche von Methyl-Nonadecanoat;
- P die Reinheit von Methyl-Nonadecanoat;
- W_{EI} die Einwaage des als interner Standard benutzten Methyl-Nonadecanoats, in mg;
- W die Einwaage der Probe, in mg.

Zum Erreichen einer optimalen Genauigkeit muss der theoretische Korrekturfaktor für den Flammenionisationsdetektor (TCF) auf die Analysedaten angewendet werden.

Bei nicht identifizierten Signalen muss der TCF des unmittelbar darauffolgenden identifizierten FAME verwendet werden.

ANMERKUNG Bei Pflanzenölen ergibt die Berechnung der Esterkonzentration aufgrund der relativen Flächen ein Ergebnis in Massenanteil in Prozent (% (m/m)).

Ist das Ergebnis höher als 101,4 % (100 % + 0,59 R, mit R = 2,45), dann werden die experimentellen Bedingungen verifiziert und die Reinheit des internen Standards anhand einer kommerziell erhältlichen oder hergestellten Lösung sowie der Wassergehalt nach Karl Fischer überprüft.

Falls Methyl-Nonadecanoat natürlicherweise in der FAME-Probe vorliegt, wird der Estergehalt C, in Massenanteil in Prozent (% (m/m)), nach folgender Gleichung berechnet:

$$C = \frac{\sum(A_X \times R_X) - \left(A_{EI} - \left(A_E \times \frac{W_2}{W_1}\right)\right)}{A_{EI} - \left(A_E \times \frac{W_2}{W_1}\right)} \times \frac{W_{EI}}{W_2} \times P \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

- A_X die Peakfläche eines einzelnen Methylesters X in der Untersuchungsprobe (von C6:0 bis C24:1);
- R_X der theoretische Korrekturfaktor für den Flammenionisationsdetektor (TCF) für FAME X bezogen auf den internen Standard (C19:0);
- A_{EI} die Peakfläche von Methyl-Nonadecanoat, wenn der interne Standard zur Untersuchungsprobe hinzugefügt wird;
- A_E die Peakfläche von Methyl-Nonadecanoat ohne Zugabe des internen Standards zur Untersuchungsprobe;
- P die Reinheit von Methyl-Nonadecanoat;
- W_{EI} die Einwaage des als interner Standard benutzten Methyl-Nonadecanoats, in mg;
- W_1 die Masse der Probe im Versuch ohne Zugabe des internen Standards, in mg;
- W_2 die Masse der Probe im Versuch mit Zugabe des internen Standards, in mg.

Tabelle 1— Theoretischer Korrekturfaktor für den Flammenionisationsdetektor (TCF) für Fettsäuremethylester (FAME)^a

FAME	TCF	FAME	TCF	FAME	TCF	FAME	TCF
C6:0	1,319 1	C15:0	1,039 2	C18:2	0,994 6	C22:0	0,980 0
C7:0	1,252 4	C15:1	1,031 1	C18:3	0,987 7	C22:1	0,974 3
C8:0	1,202 4	C16:0	1,027 6	C18:4	0,981 0	C22:2	0,968 7
C9:0	1,163 7	C16:1	1,020 0	C19:0	1,000 0	C22:3	0,963 2
C10:0	1,132 5	C16:2	1,012 3	C20:0	0,992 6	C22:4	0,957 7
C11:0	1,107 1	C16:3	1,004 6	C20:1	0,986 5	C22:5	0,952 0
C12:0	1,085 9	C16:4	0,996 9	C20:2	0,980 4	C22:6	0,946 5

FAME	TCF	FAME	TCF	FAME	TCF	FAME	TCF
C12:1	1,075 7	C17:0	1,017 4	C20:3	0,974 2	C23:0	0,974 4
C13:0	1,067 9	C17:1	1,010 1	C20:4	0,968 2	C24:0	0,969 2
C14:0	1,052 6	C18:0	1,008 2	C20:5	0,962 1	C24:1	0,964 2
C14:1	1,043 9	C18:1	1,001 3	C21:0	0,986 0		
ANMERKUNG 1 Die am häufigsten vorkommenden FAME sind fett markiert.							
ANMERKUNG 2 Der Anwender dieser Norm braucht nicht alle in dieser Tabelle angeführten FAME zu identifizieren.							
^a Angewendete relative Atommassen: Kohlenstoff 12,011; Wasserstoff 1,007 9; Sauerstoff 15,994. Die Faktoren beziehen sich auf 19:0, dieses hat definitionsgemäß einen Faktor von 1,000 0. Nur ein Faktor ist für alle Stellungs- und geometrischen Isomere und für FAME mit verzweigten Ketten angegeben, da die Faktoren nur von dem Kohlenstoffgehalt abhängen, an den Wasserstoff gebunden ist.							

9.2 Bestimmung des Linolensäuremethylestergehaltes

Der Linolensäuremethylestergehalt, L , in Massenanteil in Prozent (% (m/m)) wird nach folgender Gleichung berechnet.

$$L = \frac{A_L \times R_L}{A_{EI}} \times \frac{W_{EI}}{W} \times P \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

- A_L die Peakfläche für Linolensäuremethylester (C18:3);
- R_L der theoretische Korrekturfaktor für den Flammenionisationsdetektor (TCF) für Linolensäuremethylester (C18:3) bezogen auf den internen Standard (C19:0);
- A_{EI} die Peakfläche von Methyl-Nonadecanoat;
- P die Reinheit von Methyl-Nonadecanoat;
- W_{EI} die Einwaage des als interner Standard benutzten Methyl-Nonadecanoats, in mg;
- W die Einwaage der Probe, in mg.

9.3 Berechnung der Ergebnisse

Der Estergehalt und der Gehalt an Linolensäuremethylester werden als Massenanteil in Prozent, % (m/m), auf 0,1 % (m/m) angegeben. Ein Estergehalt zwischen 99,0 % und 101,4 % wird als „> 99,0 %“ angegeben.

10 Präzision

10.1 Ringversuch

Ein im Jahr 2017 durchgeführter Ringversuch auf europäischer Ebene unter Teilnahme von 9 Laboratorien ergab bei jeweils doppelter Ausführung der Bestimmung an jeder Probe die in Anhang B angegebenen statistischen Ergebnisse.

Die Ringversuchsbedingungen erfüllten aufgrund der Tatsache, dass die Proben nicht den gesamten Anwendungsbereich abdeckten, nicht alle Anforderungen von EN ISO 4259. Die praktische Erfahrung hat jedoch gezeigt, dass die Präzisionsangabe für den gesamten Anwendungsbereich korrekt ist. Die Präzisionsangabe wird durch Daten aus der Praxis überwacht und verifiziert.

10.2 Wiederholbarkeit

Die absolute Differenz zwischen zwei unabhängigen einzelnen Prüfergebnissen, die unter Anwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial im selben Laboratorium von demselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung innerhalb einer kurzen Zeitspanne ermittelt werden, darf nur in einer von zwanzig Bestimmungen die in Tabelle 2 angegebenen Werte überschreiten:

Tabelle 2

für den Estergehalt	1,650 0 [% m/m]
für den Linolensäuremethylestergehalt	0,009 2 * (X + 3,918 0) [% m/m]
Dabei ist X der Mittelwert aus zwei zu vergleichenden Ergebnissen r in % (m/m).	

10.3 Vergleichbarkeit

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Anwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial von verschiedenen Beobachtern in verschiedenen Laboratorien mit verschiedener Geräteausrüstung ermittelt werden, darf nur in einer von zwanzig Bestimmungen die in Tabelle 3 angegebenen Werte überschreiten:

Tabelle 3

für den Estergehalt	2,452 0 [% m/m]
für den Linolensäuremethylestergehalt	0,018 5 * (X + 3,918 0) [% m/m]
Dabei ist X der Mittelwert aus zwei zu vergleichenden Ergebnissen R in % (m/m).	

11 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss folgende Angaben enthalten:

- alle für die vollständige Identifizierung der Probe notwendigen Angaben;
- das Verfahren der Probenahme, falls bekannt;
- verwendetes Prüfverfahren unter Angabe dieser Europäischen Norm;
- alle Angaben zur Durchführung der Bestimmung, die nicht in dieser Europäischen Norm enthalten sind bzw. als optional betrachtet werden, sowie Angaben zu Vorkomnissen, die das Prüfergebnis beeinflusst haben könnten;
- die Prüfergebnisse, oder, falls die Wiederholbarkeit überprüft wurde, das erhaltene Endergebnis.