

DGF-Einheitsmethoden	Abteilung C – Fette
Ersetzt C-III 3c (10)	C-III 3c (20)

## Polymerisierte Triacylglycerine

### Bestimmung in thermisch stark belasteten Fetten und Ölen (Frittierfette) durch Hochleistungsausschlusschromatographie (HPSEC)

#### 1 Zweck und Anwendungsbereich

Die Methode dient der Bestimmung des Anteils (Flächenanteils) an polymeren (di- und oligomeren) Triacylglycerinen (PTAG) in Frittierfetten durch Hochleistungsausschlusschromatographie (HPSEC) bzw. Gelpermeationschromatographie (GPC).

Die Methode ist anwendbar auf thermisch belastete Fette und Öle (Frittierfette), die mindestens 3 % dieser Polymere enthalten. Bei Fetten und Ölen mit einem geringeren Gehalt als 3 % PTAG ist die DGF-Einheitsmethode C-III 3d anzuwenden.

Die Methode ist technisch gleichwertig mit ISO 16931, Animal and vegetable fats and oils – determination of polymerized triacylglycerols by high-performance size-exclusion chromatography (HPSEC).

*Anm.: Methode C-III 3c wird für Frittierfette und Methode C-III 3d für kaltgepresste Speiseöle angewendet. Die Methoden können zu verschiedenen Ergebnissen führen.*

#### 2 Definition

Der Gehalt an PTAG ist definiert als die nach diesem Verfahren bestimmten Anteile an dimeren, oligomeren und polymeren Triacylglycerinen.

Der Gehalt ist als Flächenanteil, in Flächenprozenten, anzugeben, dabei sind alle eluierten polymerisierten Triacylglycerine, mono-

Abteilung C – Fette	DGF-Einheitsmethoden
C-III 3c (20)	Seite 2/9

meren Tri-, Di- und Monoacylglycerine (PTAG, TAG, DAG, MAG) zu berücksichtigen.

### 3 Prinzip der Methode

Die Probe wird in Tetrahydrofuran (THF) gelöst. Die mono-, di- und oligomeren Acylglyceride der Fette und Öle werden gelpermeations-chromatographisch (Ausschlusschromatographie) nach Molekülgröße aufgetrennt und refraktometrisch bestimmt.

Die Quantifizierung erfolgt über den Anteil der Peakflächen der polymerisierten Triacylglycerine an der Gesamtfläche aller eluierten MAG, DAG und TAG.

*Anm.: Für eine bessere Auflösung kann die Auf trennung an zwei in Serie geschalteten Säulen (2 x 300 mm) erfolgen.*

### 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.

- 4.1 Margarinsäure (Heptadecansäure);
- 4.2 Tetrahydrofuran (THF) für die HPLC, stabilisiert mit Butylhydroxytoluol (BHT), entgast, wasserfrei;
- 4.3 Toluol für die HPLC (zum Spülen und Lagern der HPLC-Säule, sofern vom Hersteller vorgeschrieben/empfohlen; ansonsten kann die HPLC-Säule auch mit THF aufbewahrt werden);
- 4.4 Referenzöl für TAG: natives Olivenöl extra;  
Etwa 0,1 g bis 0,3 g extra natives Olivenöl in 10 mL THF lösen ( $\rho = 1\% \text{ bis } 3\%$ ). Die Lösung wird benötigt, um die Retentionszeit der monomeren TAG zu ermitteln;

DGF-Einheitsmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 3/9	C-III 3c (20)

- 4.5 Margarinsäure-Vergleichslösung:  
Etwa 50 mg Margarinsäure in 10 mL Tetrahydrofuran lösen ( $\rho = 50 \text{ mg}/10 \text{ mL}$ ). Die Lösung für die Bestimmung der Retentionszeit der freien Fettsäuren (FFA) benutzen.

## 5 Geräte

- Übliche Laborausstattung, insbesondere:
- 5.1 Analysenwaage;
- 5.2 HPLC-Anlage, geeignet für Gelpermeations-Chromatographie bzw. HPSEC mit:
- pulsarmer, flusskonstanter HPLC-Pumpe für einen Fluss von 0,5 mL/min bis 1 mL/min;
  - Aufgabesystem für ein definiertes Probevolumen oder geeigneter Autosampler;
  - Chromatographie-Stahlsäulen, 2 x 300 mm lang und 7,5 mm bis 7,8 mm i.D., gepackt mit einem druckstabilen Gel eines Styrol-Divinylbenzol-Copolymers, Partikelgröße 3  $\mu\text{m}$ , 5  $\mu\text{m}$  oder 10  $\mu\text{m}$ , Porengröße 10 nm (100  $\text{\AA}$ ) oder 50 nm (500  $\text{\AA}$ );  
*Anm.: Die Trennleistung der Materialen mit einer Porengröße von 10 nm (100  $\text{\AA}$ ) oder 50 nm (500  $\text{\AA}$ ) ist nicht signifikant unterschiedlich.*
  - Refraktionsindex-Detektor, thermostatisierbar (30 °C oder 35 °C);
  - Integrationssystem;
- 5.3 Hydrophobiertes Faltenfilter.

Abteilung C – Fette	DGF-Einheitsmethoden
C-III 3c (20)	Seite 4/9

## 6 Probe

### 6.1 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil dieser Methode. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in den DGF-Einheitsmethoden C-I 1 bis 5 angegeben.

### 6.2 Vorbereitung der Endprobe

Die Vorbereitung der Endprobe erfolgt gemäß DGF-Methode C-I 6. Bei wasserhaltigen Proben ca. 20 g Probe auf etwa 60 °C erwärmen und über ein hydrophobiertes Faltenfilter filtrieren.

## 7 Verfahren

### 7.1 Herstellung der Probenlösung

0,1 g bis 0,3 g wasserfreie Probe in ca. 10 mL THF lösen.

### 7.2 Hochleistungsausschluss-Chromatographie (HPSEC)

Folgende Chromatographie-Bedingungen haben sich bewährt:

Säule: PL-Gel 100 Å (10 nm), 2 x 300 x 7,6 mm, 5 µm;

Eluent: THF;

Fluss: 0,7 mL/min;

Säulenofen: 35 °C;

Detektor: RI-Detektor, temperiert auf 35 °C;

Injecti-

volumen: 20 µL (in die Probenschleife

50 µL bis 100 µL einspritzen).

### 7.3 Identifizierung und Quantifizierung der Acylglycerine

Jeweils 20 µL der Probelösung, der Margarinsäure- und Olivenöl-Vergleichslösung in die HPLC einspritzen.

DGF-Einheitsmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 5/9	C-III 3c (20)

Die Identifizierung und Zuordnung der Peaks erfolgt mit Hilfe der relativen Retentionszeiten (Abb. 1). Die Retentionszeiten der monomeren TAG und der freien Fettsäuren werden mit Hilfe der Olivenöl- bzw. Margarinsäure-Vergleichslösung ermittelt.

Für die quantitative Auswertung zunächst die Peakflächen der polymeren, dimeren und monomeren TAG, der DAG und der MAG mit einer kürzeren Retentionszeit als die der freien Fettsäuren (Margarinsäure) auswerten und deren Summe bestimmen; negative Peaks bleiben unberücksichtigt. Bei der Auswertung der Peakflächen ist der Modus für eine horizontale Basislinie zu verwenden.

## 8 Ergebnis der Bestimmung

### 8.1 Berechnung

Den Flächenanteil  $w$  (in Prozent) der PTAG in der Probe nach folgender Formel berechnen:

$$w = \frac{A_{PTAG} * 100}{A_{tot}}$$

Hierin bedeuten:

$A_{PTAG}$  Summe der Peakflächen der PTAG;

$A_{tot}$  Summe der Peakflächen aller Acylglycerine im Bereich  $1 < k' < k'_{\text{Margarinsäure}}$  der eluierten Peaks:

Das Ergebnis auf eine Dezimalstelle genau angeben.

Abteilung C – Fette	DGF-Einheitsmethoden
C-III 3c (20)	Seite 6/9

## 8.2 Genauigkeit (Präzision) der Methode

Die Angaben zur Wiederholgrenze und Vergleichsgrenze\* bei dieser Methode sind das Ergebnis eines im Jahr 1999 mit 3 Proben und 2007 mit 5 Proben vom GA Fett durchgeführten internationalen Ringversuches (Tab. 1 und 2):

Tab. 1: Ringversuchsergebnisse 1999

Probe	A	B	C
Anzahl teilnehmender Laboratorien (N)	8	10	8
Anzahl der nicht eliminierten Laboratorien (n)	8	7	8
Anzahl der Ergebnisse in allen Laboratorien	16	14	16
<b>Mittelwert (<math>m</math>), %</b>	<b>8,28</b>	<b>9,28</b>	<b>13,84</b>
Wiederholstandardabweichungen ( $s_r$ ), %	0,12	0,12	0,15
Variationskoeffizient der Wiederholbarkeit (RCV), %	1,5	1,3	1,1
<b>Wiederholgrenze <math>r</math> (<math>s_r \times 2,8</math>), %</b>	<b>0,34</b>	<b>0,34</b>	<b>0,42</b>
Vergleichstandardabweichung ( $s_R$ ), %	0,30	0,47	0,63
Variationskoeffizient der Vergleichbarkeit (RCVR), %	3,7	5,5	4,5
<b>Vergleichsgrenze <math>R</math> (<math>s_R \times 2,8</math>), %</b>	<b>0,84</b>	<b>1,32</b>	<b>1,76</b>

## 8.3 Wiederholgrenze ( $r$ )

Wiederholgrenze ( $r$ ) ist derjenige Wert, kleiner oder gleich dem die absolute Differenz zwischen zwei Prüfergebnissen mit einer

\* Die Auswertung des Ringversuches erfolgte nach der DGF-Einheitsmethode A-II 1: Durchführung und Auswertung von Ringversuchen und nach ISO 5725: 1994: Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren – Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichspräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens.

DGF-Einheitsmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 7/9	C-III 3c (20)

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.

Tab. 2: Ringversuchsergebnisse 2007

Probe	A	B	C	D	E
Anzahl teilnehmender Laboratorien (N)	15	15	15	15	15
Anzahl der nicht eliminierten Laboratorien (n)	14	15	13	15	14
Anzahl der Ergebnisse in allen Laboratorien	28	30	26	30	28
<b>Mittelwert (<math>m</math>), %</b>	<b>5,23</b>	<b>11,95</b>	<b>12,81</b>	<b>15,78</b>	<b>20,42</b>
Wiederholstandardabweichung ( $s_r$ ),	0,10	0,12	0,11	0,13	0,14
Variationskoeffizient der Wiederholbarkeit (RCV), %	1,9	1,0	0,8	0,8	0,7
<b>Wiederholgrenze <math>r</math> (<math>s_r \cdot 2,8</math>), %</b>	<b>0,28</b>	<b>0,32</b>	<b>0,30</b>	<b>0,37</b>	<b>0,39</b>
Vergleichstandardabweichung ( $s_R$ ), %	0,22	0,20	0,19	0,26	0,15
Variationskoeffizient der Vergleichbarkeit (RCVR), %	4,1	1,7	1,4	1,6	0,7
<b>Vergleichsgrenze <math>R</math> (<math>s_R \cdot 2,8</math>), %</b>	<b>0,61</b>	<b>0,57</b>	<b>0,52</b>	<b>0,72</b>	<b>0,42</b>

Abteilung C – Fette	DGF-Einheitsmethoden
C-III 3c (20)	Seite 8/9

#### 8.4 Vergleichsgrenze (*R*)

Die Vergleichsgrenze (*R*) ist derjenige Wert, kleiner oder gleich dem die absolute Differenz zwischen zwei Analysenergebnissen 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.

### 9 Analysenbericht

Das Ergebnis der Bestimmung ist unter Hinweis auf diese Methode anzugeben. Ferner ist anzugeben, ob eine säulenchromatographische Abtrennung der unpolaren Triglyceride durch eine Vorreinigung erfolgt ist. Alle Angaben zur Identifizierung der Probe sowie alle Operationen, die nicht in der Methode erwähnt sind, sind im Protokoll aufzuführen.

Gegebenenfalls sind alle Sonderbehandlungen, alle Arbeitsschritte, die nicht in der Methode erwähnt sind, und gegebenenfalls die ausgewählte Auswertemethode im Protokoll aufzuführen.

## 10 Chromatogramme

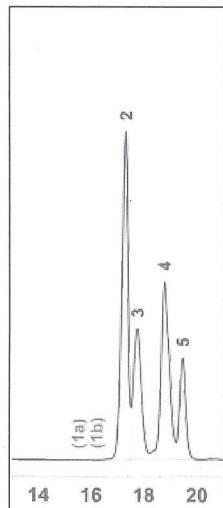


Abb. 1: HPSEC-Trennung einer Testmischung von TAG, DAG, MAG und FFA (Bedingungen s. 7.2).

Legende:  
X-Achse in Minuten  
Y-Achse in mV  
1a/b PTAG  
2 TAG 3 DAG  
4 MAG 5 FFA

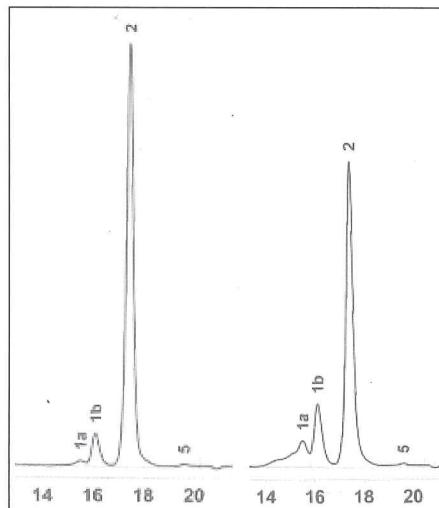


Abb. 2: HPSEC-Chromatogramm zweier Frittierfette mit 10 % bzw. 30 % PTAG (Bedingungen s. 7.2).

Legende:  
X-Achse in Minuten  
Y-Achse in mV  
1a/b PTAG 2 TAG  
3 DAG 4 MAG  
5 FFA

## 11 Literatur

IUAPC method 2.508, Determination of polymerized triglycerides in oils and fats by high performance liquid chromatography.

DGF-Standard Methods	Section C – Fats
Replaces C-III 3c (10)	C-III 3c (20)

## Polymerized triacylglycerols

### Determination in severely heat stressed fats and oils (deep-frying fats) by high-performance size-exclusion chromatography (HPSEC)

#### 1 Scope and field of application

This method is used for the determination of the contents, as mass fraction, of polymerized (dimeric and oligomeric) triacylglycerols (PTAG) by means of high-performance size-exclusion chromatography (HPSEC) and gel permeation chromatography (GPC) respectively.

The method is applicable to frying fats which contain at least 3 % of PTAG. For fats and oils with a lower content of PTAG (< 3 %) the DGF standard method C-III 3d shall be applied.

This method is technically equivalent to ISO 16931, *Animal and vegetable fats and oils – determination of polymerized triacylglycerols by high-performance size-exclusion chromatography (HPSEC)*.

*Note: Method C-III 3c shall be applied for frying fats and method C-III 3d for cold pressed edible oils. These methods may yield different results.*

#### 2 Definition

The content of PTAG is defined as the fraction of dimeric, oligomeric and polymeric triacylglycerols determined according to this method.

The content is expressed as a percentage mass fraction, in grams per 100 g, of all peaks from eluted polymerized triacylglycerols,

Section C – Fats	DGF Standard Methods
C-III 3c (20)	Page 2/9

monomeric tri-, di-, and monoacylglycerols (PTAG, TAG, DAG, MAG).

### 3 Principle of the method

The sample is dissolved in tetrahydrofuran (THF) and the monomeric, dimeric and oligomeric acylated glycerides are separated by gel permeation chromatography (size-exclusion chromatography) according to molecular size and are detected refractometric.

The quantification is carried out on the fraction of the peak areas of the polymerized TAG of the total area of all eluted MAG, DAG and TAG.

*Note: For a better resolution the separation may be done with two columns in series (2 x 300 mm).*

### 4 Reagents

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

Unless otherwise stated

– analytically pure reagents are to be used;

- 4.1 Margaric acid (heptadecanoic acid);
  - 4.2 Tetrahydrofuran (THF) for HPLC, stabilized with butyl hydroxy toluene (BHT), degassed, free of water;
  - 4.3 Toluene for HPLC (for purging and storage of the HPLC column, when specified/recommended by the manufacturer; otherwise the column can be stored with THF also);
  - 4.4 Reference oil for TAG: extra virgin olive oil.
- Dissolve 0.1 g to 0.3 g extra virgin olive oil in 10 mL of THF ( $\rho = 1\% \text{ to } 3\%$ ). The solution is used to determine the retention time of monomeric TAG;

DGF Standard Methods	Section C – Fats
Page 3/9	C-III 3c (20)

- 4.5 Margaric acid standard solution:  
Dissolve approximately 50 mg margaric acid in 10 mL of THF ( $\rho = 50 \text{ mg/10 mL}$ ). The solution is used for the determination of the retention time of the free fatty acids (FFA).

## 5 Apparatus

- Usual laboratory apparatus and, in particular, the following.
- 5.1 Analytical balance;
- 5.2 HPLC apparatus, appropriate to high-performance size-exclusion chromatography:
- HPLC pump, pulseless, constant flow with a volume flow rate of 0.5 mL/min to 1.0 mL/min;
  - injection valve, with 20  $\mu\text{L}$  loop and a suitable syringe (injection volume 50  $\mu\text{L}$  to 100  $\mu\text{L}$ ), or suitable autosampler;
  - stainless steel columns, 2 x 300 mm length and 7.5 mm to 7.8 mm i.D., packed with gel made of styrene divinyl benzene copolymer, particle diameter 5  $\mu\text{m}$  or 10  $\mu\text{m}$ , pore size 10 nm (100  $\text{\AA}$ ) or 50 nm (500  $\text{\AA}$ );  
*Note: Materials with pore size of 10 nm (100  $\text{\AA}$ ) or 50 nm (500  $\text{\AA}$ ) differ only insignificantly in their separation capabilities.*
    - refractive index detector, thermostated (30 °C or 35 °C);
    - data system for evaluation;
- 5.3 Folded filter, hydrophobized.

## 6 Sample

### 6.1 Sampling

Sampling is not part of this method. A recommended sampling method is given in DGF standard methods C-I to C-I 5.

Section C – Fats	DGF Standard Methods
C-III 3c (20)	Page 4/9

## 6.2 Preparation of test sample

The test sample shall be prepared in accordance with DGF standard method C-I 6. If samples contain water, heat approximately 20 g of the sample to about 60 °C and filter by a folded filter.

## 7 Procedure

- 7.1 Dissolve 0.1 g to 0.3 g of the sample free from water in approx. 10 mL of THF.

## 7.2 High-performance size-exclusion chromatography (HPSEC)

The following conditions have been found to be suitable:

Column: Plgel 100 Å (10 nm), 2 x 300 x 7.6 mm, 5 µm;

Eluent: THF;

Flow: 0.7 mL/min;

Column oven: 35 °C;

Detector: RI detector set at 35 °C;

Injection volume: 20 µL (50 µL to 100 µL are injected into the loop).

## 7.3 Identification and quantification of the acylglycerols

Inject 20 µL of the sample solution, of the margaric acid solution and extra virgin olive oil solution.

The identification and assignment of the peaks are carried out by means of the relative retention times (fig. 1). The retention times of the monomeric TAG and of the FFAs are determined by injection of the reference solutions of extra virgin olive oil and margaric acid respectively.

For the quantitative evaluation all peak areas of the polymeric, dimeric and monomeric TAG, DAG and MAG with a shorter retention time than those of the free fatty acids (= margaric acid) are considered. Negative peaks are not considered. For the eval-

DGF Standard Methods	Section C – Fats
Page 5/9	C-III 3c (20)

ation of the peak areas the horizontal baseline integration modus is used.

## 8 Result of the determination

### 8.1 Calculation

Calculate the mass fraction  $w$ , in grams per 100 g of the PTAG, using the following equation:

$$w = \frac{A_{PTAG} * 100}{A_{tot}}$$

where:

$A_{PTAG}$  is the sum of the peak areas of all PTAG;

$A_{tot}$  is the sum of the peak areas of all acylglycerols in the range  $1 < k' < k'$  <sub>margaric acid</sub> (PTAG, TAG, DAG, MAG).

Express the result to one decimal place.

### 8.2 Precision of the method

The precision of the method is the result of interlaboratory studies organized by the *Joint Committee for the Analysis of Fats, Oils, Fat Products, Related Products and Raw Materials (GA Fett)* on an international basis\*. The study was carried out in 1999 on 3 samples and 2007 on 5 samples. The results are given in tab. 1 and 2.

\* Evaluated according to DGF Standard Method A-II 1: *Execution and evaluation of ring tests* and ISO 5725:1994: *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*.

Section C – Fats	DGF Standard Methods
C-III 3c (20)	Page 6/9

Tab. 1: Results of the interlaboratory tests in 1999

Sample	A	B	C
Number of participating laboratories ( $N$ )	8	10	8
Number of laboratories retained after eliminating outliers ( $n$ )	8	7	8
Number of test results in all laboratories	16	14	16
<b>Mean value (<math>m</math>), %</b>	<b>8.28</b>	<b>9.28</b>	<b>13.84</b>
Repeatability standard deviation ( $s_r$ ), %	0.12	0.12	0.15
Repeatability coefficient of variation ( $RCV_r$ ), %	1.5	1.3	1.1
<b>Repeatability limit <math>r</math> (<math>s_r \times 2.8</math>), %</b>	<b>0.34</b>	<b>0.34</b>	<b>0.42</b>
Reproducibility standard deviation ( $s_R$ ), %	0.30	0.47	0.63
Reproducibility coefficient of variation ( $RCV_R$ ), %	3.7	5.5	4.5
<b>Reproducibility limit <math>R</math> (<math>s_R \times 2.8</math>), %</b>	<b>0.84</b>	<b>1.32</b>	<b>1.76</b>

Tab. 2: Results of the interlaboratory tests in 2007

Sample	A	B	C	D	E
Number of participating laboratories ( $N$ )	15	15	15	15	15
Number of laboratories retained after eliminating outliers ( $n$ )	14	15	13	15	14
Number of test results in all laboratories	28	30	26	30	28
<b>Mean value (<math>m</math>), %</b>	<b>5.23</b>	<b>11.95</b>	<b>12.81</b>	<b>15.78</b>	<b>20.42</b>
Repeatability standard deviation ( $s_r$ ), %	0.10	0.12	0.11	0.13	0.14
Repeatability coefficient of variation ( $RCV_r$ ), %	1.9	1.0	0.8	0.8	0.7
<b>Repeatability limit <math>r</math> (<math>s_r \times 2.8</math>), %</b>	<b>0.28</b>	<b>0.32</b>	<b>0.30</b>	<b>0.37</b>	<b>0.39</b>
Reproducibility standard deviation ( $s_R$ ), %	0.22	0.20	0.19	0.26	0.15
Reproducibility coefficient of variation ( $RCV_R$ ), %	4.1	1.7	1.4	1.6	0.7
<b>Reproducibility limit <math>R</math> (<math>s_R \times 2.8</math>), %</b>	<b>0.61</b>	<b>0.57</b>	<b>0.52</b>	<b>0.72</b>	<b>0.42</b>

### 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.

Section C – Fats	DGF Standard Methods
C-III 3c (20)	Page 8/9

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.

#### 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.

### 9 Test report

The result of the determination shall be stated in the report together with a reference to this method. Furthermore, the test report shall specify if a separation of the non-polar triglycerides was carried out by column chromatography. Furthermore, the report shall include all details required to identify the sample, and, if necessary, all special treatments and operations not specified within the method.

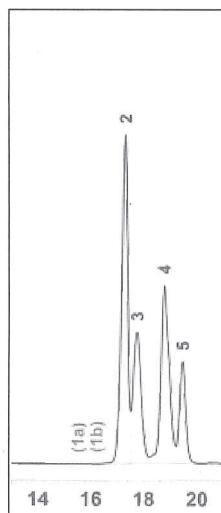
**10 Chromatograms**

Fig. 1: HPSEC of a test mixture of TAGs, DAGs, MAGs and FFAs

Key:

X-axis in minutes

Y-axis in mV

1a/b PTAGs

2 TAGs 3 DAGs

4 MAGs 5 FFAs

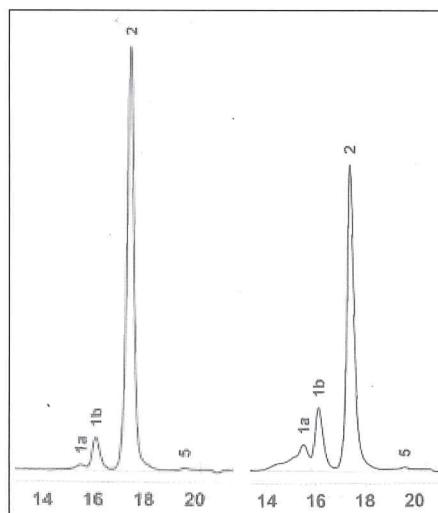


Fig. 2: HPSEC of deep-frying oils with 10 % and 30 % PTAGs

Key:

X-axis in minutes

Y-axis in mV

1a/b PTAGs

2 TAGs

3 DAGs

4 MAGs

5 FFAs

**11 Literature**

IUAPC method 2.508, Determination of polymerized triglycerides in oils and fats by high performance liquid chromatography.