

## **Fettsäuregebundenes 3-Chlorpropan-1,2-diol (3-MCPD-Ester) und Glycidol (Glycidylester)**

Bestimmung in Fetten und Ölen durch GC-MS (Differenzmethode)

### **1 Zweck und Anwendungsbereich**

1.1 Die Methode beschreibt ein Differenzverfahren zur getrennten Bestimmung von estergebundenem 3-Chlorpropan-1,2-diol (3-MCPD-Ester) in Fetten und Ölen mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie nach Spaltung der Ester mit methanolischem Natriummethylat. Unter der Voraussetzung, dass außer Glycidol keine weiteren Substanzen vorhanden sind, die unter den angegebenen Verfahrensbedingungen 3-MCPD-Ester bilden, kann mit der Methode auch fettsäuregebundenes Glycidol (Glycidylester) bestimmt werden.

1.2 Die Methode ist anwendbar auf feste Fette und flüssige Öle, die entweder als solche vorliegen oder durch schonende Extraktion aus fetthaltigen Lebensmitteln gewonnen werden.

*Anm.: Für die Gewinnung von Fett aus anderen Lebensmitteln dürfen keine sauren und keine alkalischen Aufschlussverfahren eingesetzt werden. Ein Aufschluss nach Weibull-Stoldt oder Ähnliches ist unbedingt zu vermeiden, da dabei erhebliche Mengen an 3-MCPD-Estern gebildet werden. Als Lösungsmittel zur Fettextraktion eignet sich z.B. t-Butylmethylether bzw. Mischungen aus t-Butylmethylether und Hexan oder Petrolether. Mit reinem Hexan oder Petrolether werden 3-MCPD-Monoester unter Umständen nicht vollständig extrahiert.*

## 2 Definition

**Estergebundenes 3-Chlorpropan-1,2-diol (3-MCPD-Ester)** ist die nach dieser Methode bestimmte Summe aller Monoester und Diester von 3-MCPD mit verschiedenen Fettsäuren.

*Anm.: Der ursprüngliche Gehalt an freiem 3-MCPD ist in Fetten und Ölen in der Regel so gering, dass er vernachlässigt werden kann.*

Der Gehalt, berechnet als Massenanteil freies 3-MCPD, wird in Milligramm pro Kilogramm angegeben. Bei fetthaltigen Lebensmitteln bezieht sich der Gehalt auf den Fettanteil des Lebensmittels.

**Estergebundenes Glycidol (Glycidylester)** ist die nach dieser Methode bestimmte Summe aller Ester von Glycidol mit verschiedenen Fettsäuren.

*Anm.: Der ursprüngliche Gehalt an freiem Glycidol ist in Fetten und Ölen in der Regel so gering, dass er vernachlässigt werden kann.*

Der Gehalt, berechnet als Massenanteil freies Glycidol, wird in Milligramm pro Kilogramm angegeben. Bei fetthaltigen Lebensmitteln bezieht sich der Gehalt auf den Fettanteil des Lebensmittels.

## 3 Prinzip der Methode

Die Probe wird in tertiär-Butylmethylether (t-BME) gelöst und d<sub>5</sub>-markiertes 3-MCPD wird als interner Standard zugesetzt. Durch Umesterung mit methanolischem NaOCH<sub>3</sub> wird 3-MCPD aus den Esterbindungen freigesetzt, wobei die Fettsäurereste zu den Fettsäuremethylestern umgesetzt werden. Die Reaktion wird mit Essigsäure abgestoppt. Fettsäuremethylester und unverseifbare Verbindungen werden mit Hexan entfernt. Das freigesetzte 3-MCPD wird mit Phenylboronsäure in NaCl-Lösung zu einem cyclischen Boronsäureester umgesetzt. Bei der Derivatisierung wird Glycidol nahezu quantitativ in das Phenylboronsäurederivat des 3-MCPD überführt. Die Phenylboronsäurederivate von 3-MCPD und internem

DGF-Einheitsmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 3/14	C-III 18 (09)

Standard werden mit Hexan extrahiert und mittels GC-MS analysiert.

In einem ersten Ansatz wird in der Probe wie oben beschrieben der Gesamtgehalt an estergebundenem 3-MCPD und Glycidol, berechnet als 3-MCPD, bestimmt (Konzentration A).

In einem zweiten Ansatz wird die Probe unter milden Bedingungen mit 1-Propanol/Schwefelsäure behandelt. Dabei wird der Epoxidring der Glycidylester geöffnet, Glycidol wird unter Bildung verschiedener Reaktionsprodukte quantitativ entfernt.

Nach der Behandlung mit 1-Propanol/Schwefelsäure wird in der Probe erneut der Gehalt an estergebundenem 3-MCPD wie oben beschrieben bestimmt (Konzentration B). Konzentration B entspricht dem ursprünglichen Gehalt an estergebundenem 3-MCPD in der Probe.

Unter der Annahme, dass unter den angegebenen Analysenbedingungen die Differenz der beiden ermittelten Konzentrationen nahezu ausschließlich auf das Vorhandensein von Glycidol zurückzuführen ist, kann aus der Differenz der beiden Analysenwerte, unter Verwendung des stöchiometrischen Umrechnungsfaktors, der Gehalt an estergebundenem Glycidol berechnet werden.

#### 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 bidestilliert oder von entsprechender Reinheit sein.

Abteilung C – Fette	DGF-Einheitsmethoden
C-III 18 (09)	Seite 4/14

- 4.1 Propanol/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - Lösung: 0,5 Volumenanteile konzentrierte H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (chloridfrei) in 100 Volumenanteilen 1-Propanol, zur Rückstandsanalyse oder vergleichbare Reinheit, lösen. Die Lösung ist arbeitstäglich neu herzustellen;
- 4.2 Hexan oder Isohexan, zur Rückstandsanalyse oder vergleichbare Reinheit;
- 4.3 Natriummethylat (NaOCH<sub>3</sub>),  $c = 0,5 \text{ mol/l}$  in Methanol;
- 4.4 Lösungsmittelgemisch A, bestehend aus t-BME und Ethylacetat, zur Rückstandsanalyse oder vergleichbar: 8 ml t-BME mit 2 ml Ethylacetat mischen (Volumenanteil t-BME  $\varphi = 8 \text{ ml/10 ml}$ , Volumenanteil Ethylacetat  $\varphi = 2 \text{ ml/10 ml}$ );
- 4.5 Essigsäure,  $w$  mindestens 99 %;
- 4.6 Natriumchlorid-Lösung,  $\rho = 200 \text{ g/l}$ : 200 g NaCl in 1 l Wasser lösen;
- 4.7 Lösungsmittelgemisch B, bestehend aus Essigsäure und NaCl-Lösung: 1 ml Essigsäure (4.5) in 30 ml NaCl-Lösung (4.6) lösen (Volumenanteil Essigsäure  $\varphi = 3,3 \text{ ml/100 ml}$ , Volumenanteil NaCl-Lösung  $\varphi = 96,7 \text{ ml/100 ml}$ ). Die Lösung arbeitstäglich neu herstellen;
- 4.8 Derivatisierungsreagenz Phenylboronsäure  $\rho \sim 2,5 \text{ g/20 ml}$ : ca. 2,5 g Phenylboronsäure in 19 ml Aceton und 1 ml Wasser lösen.
- 4.9 Interne Standardlösung:
- 4.9.1 Stammlösung 3-MCPD-d<sub>5</sub> ( $\rho \sim 100 \text{ mg/50 ml}$ ): ca. 100 mg 3-MCPD-d<sub>5</sub>\* in 50 ml absolutem Ethanol lösen. Die Lösung ist bei 0 °C bis 6 °C mindestens 1 Jahr lang haltbar.
- 4.9.2 Arbeitslösung 3-MCPD-d<sub>5</sub> ( $\rho \sim 20 \text{ µg/ml}$ ): 1 ml der Stammlösung im 100-ml-Messkolben mit t-BME auf 100 ml auffüllen. Die Lösung ist bei 0 °C bis 6 °C mindestens 3 Monate lang haltbar;

---

\* Lieferant: z.B. Promochem, Wesel

DGF-Einheitmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 5/14	C-III 18 (09)

- 4.10 3-MCPD-Kalibrierlösungen: Stammlösung ( $\rho \sim 100 \mu\text{g/ml}$ ): Etwa 25 mg 3-Chlorpropan-1,2-diol (3-MCPD) in einen 250-ml-Messkolben einwiegen und mit NaCl-Lösung (4.6) bis zur Marke auffüllen.

Die Stammlösung ist bei  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  bis  $6 \text{ }^\circ\text{C}$  mindestens 3 Monate lang haltbar.

Aus der Stammlösung, arbeitstäglich neu, durch Verdünnen mit NaCl-Lösung (4.6) geeignete Kalibrierlösungen herstellen.

- 4.11 Helium, geeignet für GC-MS.

## 5 Geräte

- 5.1 Reagenzgläser mit Schraubverschluss, Inhalt ca. 10 ml;
- 5.2 Ultraschallbad, beheizbar;
- 5.3 Heizblock oder Wasserbad mit Temperaturkontrolle, passend für Reagenzgläser (5.1);
- 5.4 Verschiedene Glaspipetten und/oder Kolbenhubpipetten;
- 5.5 GC-MS-Anlage, bestehend aus einem Gaschromatograph mit temperaturprogrammierbarem Säulenofen, Split/Splitlos-Injektor, Massenspektrometer und Auswertesystem;

*Anm.: Die Verwendung eines temperaturprogrammierbaren Injektors (z.B. PTV-Injektor), einer unpolaren Vorsäule und eines Systems zur Injektor-Rückspülung (Backflush-System) wird empfohlen, ist aber nicht essentiell.*

- 5.5 Chromatographie-Säule: Fused-Silica-Kapillare belegt mit 95 % Methylsilicon und 5 % Phenylsilicon, z.B. Rtx-5MS, i.D. 0,25 mm, Länge 30 m, Filmdicke 0,25  $\mu\text{m}$ ;

Abteilung C – Fette	DGF-Einheitsmethoden
C-III 18 (09)	Seite 6/14

5.6 Messkolben (Klasse A), mit 50 ml, 100 ml und 250 ml Inhalt.

## 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:

Feste und halb feste Fette auf Temperaturen etwas oberhalb des Schmelzpunktes erwärmen und sorgfältig homogenisieren, ohne sie zu überhitzen. Sichtbare Verunreinigungen nach dem Mischen abfiltrieren, bei Anwesenheit von Wasser ein hydrophobiertes Filter verwenden.

## 7 Verfahren

### 7.1 Aufarbeitung A: Bestimmung der Summe von estergebundenem 3-MCPD und Glycidol

#### 7.1.1 Esterspaltung

Ca. 100 mg Fett in ein Schraubreagenzglas einwiegen und in 0,5 ml Lösungsmittelgemisch A (4.4) lösen.

Nach Zusatz von 100 µl interner Standardlösung (4.9.2) und 1 ml NaOCH<sub>3</sub>-Lösung (4.3) (in dieser Reihenfolge) das Reagenzglas dicht verschließen und 5 Min. bis maximal 10 Min. lang bei Raumtemperatur stehen lassen.

Danach unmittelbar hintereinander 3 ml Hexan und 3 ml Lösungsmittelgemisch B (4.7) zugeben.

DGF-Einheitmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 7/14	C-III 18 (09)

Die organische Phase (obere Phase) mit einer Pipette möglichst vollständig abziehen und verwerfen.

Nach Zugabe von weiteren 3 ml Hexan vorsichtig schütteln. Nach Phasentrennung die obere Hexanphase mit einer Pipette möglichst vollständig abziehen und verwerfen. Weiterbehandlung der wässrigen Phase: siehe Punkt 7.3 (Derivatisierung).

## 7.2 **Aufarbeitung B: Bestimmung von estergebundenem 3-MCPD nach Entfernung von Glycidol mittels 1-Propanol / H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

### 7.2.1 **Entfernung von Glycidol**

Ca. 100 mg Fett in ein Schraubreagenzglas einwiegen und in 0,5 ml Lösungsmittelgemisch A (4.4) lösen.

0,5 ml 1-Propanol/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (4.1) zusetzen, mischen und das verschlossene Reagenzglas 15 Min. im Ultraschallbad bei 45 °C (Starttemperatur) belassen.

### 7.2.2 **Esterspaltung:**

Nach Zusatz von 100 µl interner Standardlösung (4.9.2) und 1 ml NaOCH<sub>3</sub>-Lösung (4.3) (in dieser Reihenfolge) das Reagenzglas dicht verschliessen und 5 Min. bis maximal 10 Min. lang bei Raumtemperatur stehen lassen.

Danach unmittelbar hintereinander 3 ml Hexan und 3 ml Lösungsmittelgemisch B (4.7) zugeben.

Die organische Phase (obere Phase) mit einer Pipette möglichst vollständig abziehen und verwerfen.

Nach Zugabe von weiteren 3 ml Hexan vorsichtig schütteln. Nach Phasentrennung die obere Hexanphase mit einer Pipette möglichst

vollständig abziehen und verwerfen. Weiterbehandlung der wässrigen Phase: siehe Punkt 7.3 (Derivatisierung).

### 7.3 Derivatisierung:

Zur wässrigen Phase (aus 7.1.1 bzw. 7.2.2) 0,5 ml Derivatisierungsreagenz (4.8) hinzufügen, das Reagenzglas dicht verschließen und 20 Min. lang auf 80 °C erhitzen.

Zur Derivatisierung einer Kalibrierlösung 100 µl interne Standardlösung im Reagenzglas vorlegen, das Lösungsmittel durch kurzes Stehenlassen weitgehend entfernen. Anschließend die jeweilige Kalibrierlösung (3-MCPD in NaCl-Lösung 4.10) und weitere NaCl-Lösung (4.6) bis zu einem Endvolumen von ca. 3 ml zugeben. Nach Zusatz von 0,5 ml Derivatisierungsreagenz das Reagenzglas dicht verschließen und 20 Min. lang auf 80 °C erhitzen, nach dem Abkühlen das 3-MCPD-Derivat mit 3 ml Hexan ausschütteln.

Von der Hexanphase ca. 1 ml bis 2 ml abziehen und in ein GC-Vial überführen.

Zur Schonung des GC-MS-Systems und zur Erzielung einer höheren Empfindlichkeit kann die Hexanphase auch vorsichtig zur Trockene eingengt und der Rückstand in Heptan oder Octan aufgenommen werden.

### 7.4 Gaschromatographie-Massenspektrometrie:

Folgende Bedingungen haben sich als praktikabel erwiesen:

Injektionsvolumen:	2 µl
Programm für PTV-Injektor:	50 °C, mit 10 °C/s auf 180 °C (5 Min.)
Splitless Time:	1,50 Min.
Split Flow:	20 ml/min
Trägergas:	Helium, 1,2 ml/min, konstanter Fluss

DGF-Einheitmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 9/14	C-III 18 (09)

Temperaturprogramm:	60 °C (1 Min.) mit 6 °C/min auf 190 °C mit 20 °C/min auf 280 °C (10 Min. bis 30 Min. lang halten)
Massenspektrometrie:	EI+, SIM-Modus
Interner Standard:	m/z = 201; (optional m/z = 150)
3-MCPD:	m/z = 196; 147

## 7.5 Auswertung:

Für die Auswertung die SIM-Massen 196 und 147 für 3-MCPD sowie 201 für den internen Standard 3-MCPD-d<sub>5</sub> heranziehen. Dabei dient die Massenspur 147 in der Regel nur als Qualifier. Optional können jedoch auch die Massenspuren 147 (3-MCPD) und 150 (interner Standard) für die Quantifizierung verwendet werden.

Die Flächenwerte der Massenspuren von 3-MCPD ins Verhältnis zum Flächenwert des internen Standards setzen:

$$Q = \frac{A(196)}{A(201)} \quad \text{bzw.} \quad Q = \frac{A(147)}{A(201)}$$

Hierin bedeuten:

$Q$  das Flächenverhältnis;  
 $A$  den Flächenwert.

Zur Erstellung der Kalibriergeraden geeignete Standardlösungen gemäß 7.3 derivatisieren. In den meisten Fällen ist dazu eine Standardmenge von 0,05 Mikrogramm bis 2 Mikrogramm geeignet (Absolutmenge an 3-MCPD im Derivatisierungsansatz).

Die Menge an 3-MCPD (Absolutmenge in Mikrogramm) gegen die berechneten Flächenverhältnisse auftragen und die Regressionsgerade ermitteln:

$$Q = a \cdot m_{3-MCPD} + b \quad (\text{Gleichung der Regressionsgeraden})$$

Hierin bedeuten:

- $Q$  das Flächenverhältnis;  
 $m_{3-MCPD}$  die Menge ( $\mu\text{g}$ ) an 3-MCPD im Derivatisierungsansatz;  
 $a$  die Steigung der Regressionsgeraden;  
 $b$  den Achsenabschnitt der Regressionsgeraden.

## 8 Ergebnis der Bestimmung

### 8.1 Berechnung:

Aus dem Flächenverhältnis der Probe mit Hilfe der Regressionsgeraden den Massenanteil  $w_{3-MCPD}$  in Mikrogramm in der Probelösung nach folgender Formel berechnen:

$$w_{3-MCPD} = \frac{Q_{\text{Probe}} - b}{a}$$

Den Gehalt  $w_{3-MCPD-Ester}$  an estergebundenem 3-MCPD in der Probe in Milligramm pro Kilogramm wie folgt berechnen:

$$w_{3-MCPD-Ester} = \frac{w_{3-MCPD}}{m}$$

Hierin bedeuten:

$Q_{\text{Probe}}$  das Flächenverhältnis der Probe;

$w_{3-MCPD-Ester}$  der Gehalt an estergebundenem 3-MCPD in Mikrogramm pro Kilogramm;

$w_{3-MCPD}$  die Menge an 3-MCPD in der Probelösung in Mikrogramm;

$m$  die Probeneinwaage in Gramm.

Die Gehalte an estergebundenem 3-MCPD werden für beide Aufarbeitungen A und B berechnet:

$w_A = w_{3-MCPD-Ester}$  aus der Aufarbeitung A (7.1 ff).

DGF-Einheitmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 11/14	C-III 18 (09)

$w_B = w_{3\text{-MCPD-Ester}}$  aus der Aufarbeitung B (7.2 ff).

## 8.2 Rechnerische Bestimmung des Gehaltes an Glycidol

Der Gehalt  $w_A$  entspricht der Summe der Gehalte an estergebundenem 3-MCPD und Glycidol. Er wird angegeben als 3-MCPD.

Der Gehalt  $w_B$  entspricht dem Gehalt an estergebundenem 3-MCPD. Er wird angegeben als 3-MCPD.

Der Gehalt an Glycidol =  $w_{\text{Glycidol}}$  wird wie folgt berechnet:

$$w_{\text{Glycidol}} = 0,67 * (w_A - w_B)$$

Die Ergebnisse werden in Milligramm pro Kilogramm wie folgt angegeben:

Bei Gehalten von  $\leq 1$  mg/kg mit zwei Nachkommastellen,  
bei Gehalten von  $> 1$  mg/kg mit einer Nachkommastelle,  
bei Gehalten von  $\geq 100$  mg/kg ohne Nachkommastelle.

## 8.3 Genauigkeit (Präzision) der Methode:

Die Angaben zur Wiederholgrenze und Vergleichsgrenze<sup>\*)</sup> bei dieser Methode sind das Ergebnis eines im Jahr 2008 vom Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) durchgeführten Ringversuches (Tab. 1) mit folgenden Daten:

Bei dem Ringversuch wurde der Summengehalt an estergebundenem 3-MCPD und estergebundenem Glycidol bestimmt. Die Ergebnisse sind in mg/kg, berechnet als 3-MCPD, angegeben.

<sup>\*)</sup> Die Auswertung des Ringversuches erfolgte nach der DGF-Einheitmethode 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 Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*.

Tab. 1: Ergebnisse der statistischen Auswertung eines Ringversuchs (Ergebnisse in mg/kg) zur Bestimmung der Summe an estergebundenem 3-MCPD und estergebundenem Glycidol

Art der Probe	Distelöl		Fett		Rapsöl		Trauben- kernöl		Olivenöl	
	Anzahl der teilnehmenden Laboratorien	19	19	19	20	8	8	20	19	18
Anzahl der nicht eliminierten Laboratorien	17	15	17	17	8	7	17	16	16	15
Anzahl der Einzelergebnisse aller Laboratorien je Probe ( $z$ )	67	60	68	68	31	26	67	64	64	60
<b>Mittelwert (<math>m</math>)</b>	<b>2,45</b>	<b>2,46</b>	<b>8,28</b>	<b>8,18</b>	<b>0,24</b>	<b>0,25</b>	<b>3,55</b>	<b>3,57</b>	<b>1,22</b>	<b>1,17</b>
Wiederholstandardabweichung ( $s_r$ )	0,14	0,15	0,33	0,30	0,06	0,06	0,17	0,17	0,11	0,07
Variationskoeffizient der Wiederholstandardabweichung VK ( $s_r$ ), %	5,6	6,2	3,9	3,7	24,1	25,2	4,8	4,8	8,9	5,6
<b>Wiederholgrenze <math>r</math> (<math>s_r \times 2,8</math>)</b>	<b>0,38</b>	<b>0,42</b>	<b>0,91</b>	<b>0,84</b>	<b>0,16</b>	<b>0,17</b>	<b>0,48</b>	<b>0,48</b>	<b>0,3</b>	<b>0,18</b>
Vergleichstandardabweichung ( $s_R$ )	0,27	0,18	0,86	1,06	0,07	0,06	0,35	0,30	0,19	0,14
Variationskoeffizient der Vergleichstandardabweichung VK ( $s_R$ ), %	11,1	7,4	10,5	13,0	28,5	26,5	9,9	8,3	15,7	12,3
<b>Vergleichgrenze <math>R</math> (<math>s_R \times 2,8</math>)</b>	<b>0,78</b>	<b>0,51</b>	<b>2,42</b>	<b>2,97</b>	<b>0,19</b>	<b>0,18</b>	<b>0,99</b>	<b>0,83</b>	<b>0,53</b>	<b>0,40</b>
Horrat ( $Ho_R$ )	0,8	0,5	0,8	1,1	1,4	1,3	0,8	0,6	0,9	1

DGF-Einheitmethoden	Abteilung C – Fette
Seite 13/14	C-III 18 (09)

#### 8.4 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.

#### 8.5 Vergleichgrenze ( $R$ ):

Die Vergleichgrenze ( $R$ ) 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.

### 9 Analysenbericht

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

## 10 Literatur

R. Weisshaar, R. Perz: Fatty acid esters of glycidol in refined fats and oils. *European Journal of Lipid Science and Technology* **111**, (2009) (im Druck).

R. Weisshaar: Determination of total 3-chloropropane-1,2-diol (3-MCPD) in edible oils by cleavage of MCPD esters with sodium methoxide. *European Journal of Lipid Science and Technology* **110**, 183-186 (2008).

Z. Zelinkova, B. Svejrovska, J. Velisek, M. Dolezal: Fatty acid esters of 3-chloropropane-1,2-diol in edible oils. *Food Additives and Contaminants* **23**, 1290-1298 (2006).