

DIN EN ISO 18363-2



ICS 67.200.10

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung von fettsäuregebundenem Chlorpropandiol (MCPD) und
Glycidol mittels GC/MS –
Teil 2: Verfahren mittels langsamer alkalischer Umesterung und Messung
für 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol (ISO 18363-2:2018);
Deutsche Fassung EN ISO 18363-2:2018**

Animal and vegetable fats and oils –
Determination of fatty-acid-bound chloropropanediols (MCPDs) and glycidol by GC/MS –
Part 2: Method using slow alkaline transesterification and measurement for 2-MCPD, 3-MCPD
and glycidol (ISO 18363-2:2018);
German version EN ISO 18363-2:2018

Corps gras d'origines animale et végétale –
Détermination des esters de chloropropanediols (MCPD) et d'acides gras et des esters de
glycidol et d'acides gras par CPG/SM –
Partie 2: Méthode par transestérification alcaline et mesure pour le 2-MCPD, le 3-MCPD et le
glycidol (ISO 18363-2:2018);
Version allemande EN ISO 18363-2:2018

Gesamtumfang 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 18363-2:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) in Zusammenarbeit mit dem 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 deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-05 AA „Gemeinschaftsausschuss von DIN und DGF für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen (GA Fett)“ der Deutschen Gesellschaft für Fettwissenschaft (DGF) und des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5555	siehe	DIN EN ISO 5555

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5555, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Probenahme*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

Deutsche Fassung

Tierische und pflanzliche Fette und Öle —
Bestimmung von fettsäuregebundenem Chlorpropanediol
(MCPD) und Glycidol mittels GC/MS —
Teil 2: Verfahren mittels langsamer alkalischer Umesterung
und Messung für 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol
(ISO 18363-2:2018)

Animal and vegetable fats and oils —
Determination of fatty-acid-bound
chloropropanediols (MCPDs) and
glycidol by GC/MS —
Part 2: Method using slow alkaline transesterification
and measurement for 2-MCPD, 3-MCPD and glycidol
(ISO 18363-2:2018)

Corps gras d'origines animale et végétale —
Détermination des esters de chloropropanediols
(MCPD) et d'acides gras et des esters de glycidol et
d'acides gras par CPG/SM —
Partie 2: Méthode par transestérification alcaline et
mesure pour le 2-MCPD, le 3-MCPD et le glycidol
(ISO 18363-2:2018)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 22. September 2018 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Reagenzien	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Lösemittel und Reagenzien	9
5.3 Standard- und Referenzverbindungen	9
5.4 Arbeitslösungen**	9
5.5 Andere Lösungen	10
6 Geräte	10
7 Probe	11
7.1 Probenahme	11
7.2 Probenvorbereitung	11
8 Verfahren	11
8.1 Versetzen mit Surrogatstandard und Homogenisierung	11
8.2 Esterspaltung und Glycidolumwandlung	11
8.3 Matrixentfernung	12
8.4 Derivatisierung	12
8.5 Gaschromatographie/Massenspektrometrie-Referenzen	12
9 Angabe der Ergebnisse	13
9.1 Bestimmungen des gebundenen Glycidols	13
9.2 Bestimmung des gebundenen 2-MCPD	15
9.3 Bestimmung des gebundenen 3-MCPD	15
9.4 Bestimmung des Grads der Diesterspaltung	15
9.5 Qualitätskontrolle	16
10 Anmerkungen	16
Anhang A (informativ) Beispiele für relevante Chromatogramme und Datenauswertung unter Verwendung von „MCPD-armem“ Palmöl	19
Anhang B (informativ) Ergebnisse von Laborvergleichsuntersuchungen	26
Literaturhinweise	29

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 18363-2:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem 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.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2019 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18363-2:2018 wurde von CEN als EN ISO 18363-2:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 11, *Animal and vegetable fats and oils*, erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 18363 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

ISO 18363 ist eine internationale Normenreihe, die zur Bestimmung von estergebundenem MCPD und Glycidol verwendet werden kann. Diese Einleitung beschreibt die in den drei kürzlich veröffentlichten oder vorgeschlagenen Dokumenten festgelegten Verfahren, damit der Analytiker entscheiden kann, welches Verfahren für die Anwendung geeignet ist. Die genaue Anwendung jedes Verfahrens ist im Anwendungsbereich des einzelnen Verfahrens festgelegt.

ISO 18363-1 [1] ist ein Differenzmessverfahren, das mit der DGF-Norm C-VI 18 (10) [2] vergleichbar und mit der AOCS Official Method Cd 29c-13 [3] identisch ist. Insgesamt gesehen basiert das Verfahren auf der schnellen alkalisch katalysierten Freisetzung von 3-MCPD und Glycidol aus Ester-Derivaten. Glycidol wird anschließend in induziertes 3-MCPD umgewandelt. Das Verfahren besteht aus zwei Teilen. Der erste Teil (A) ermöglicht die Bestimmung der Summe des estergebundenen 3-MCPD und estergebundenen Glycidols, während der zweite Teil (B) nur estergebundenes 3-MCPD bestimmt. Beide Prüfungen basieren auf der Freisetzung der Ziel-Analyten 3-MCPD und Glycidol aus der estergebundenen Form durch alkalisch katalysierte Alkoholyse bei Raumtemperatur. In Teil A wird eine angesäuerte Natriumchloridlösung verwendet, um die Reaktion zu stoppen und anschließend das Glycidol in induziertes 3-MCPD umzuwandeln. 3-MCPD und Glycidol werden daher in Teil A ununterscheidbar. In Teil B wird die Beendigung der Reaktion durch die Hinzugabe einer angesäuerten chloridfreien Salzlösung erreicht. Dies verhindert auch die Umwandlung von Glycidol in induziertes MCPD. Teil B ermöglicht somit die Bestimmung des tatsächlichen 3-MCPD-Gehalts. Darüber hinaus ist der Glycidolgehalt der Probe proportional zur Differenz zwischen beiden Prüfungen (A – B) und kann berechnet werden, sobald das Umwandlungsverhältnis von Glycidol zu 3-MCPD bestimmt worden ist. ISO 18363-1 ist anwendbar für die schnelle Bestimmung von estergebundenem 3-MCPD und Glycidol in raffinierten und nicht raffinierten pflanzlichen Ölen und Fetten. ISO 18363-1 kann auch für tierische Fette und gebrauchte Frittieröle und -fette gelten. Hierzu muss jedoch vor der Analyse dieser Matrices eine Validierungsstudie erfolgen. Alle freien Analyten in der Probe wären in den Ergebnissen enthalten, aber das Verfahren erlaubt keine Unterscheidung zwischen freien und gebundenen Analyten. Jedoch haben keine Forschungen zum Zeitpunkt der Veröffentlichung irgendeinen Nachweis eines Gehaltes an freien Analyten in raffinierten Pflanzenölen und -fetten in gleicher Höhe wie der Gehalt an veresterten Analyten erbracht. Grundsätzlich kann ISO 18363-1 ebenfalls so modifiziert werden, dass die Bestimmung von 2-MCPD [4] möglich wird, jedoch erfordert auch dies wieder eine Validierungsstudie vor der Analyse dieses Analyten.

Dieses Dokument repräsentiert die AOCS Official Method Cd 29b-13 [5] [6]. Hinsichtlich Informationen über entsprechende Validierungsdaten siehe Anhang B. Insgesamt gesehen basiert das Verfahren auf der langsamen alkalischen Freisetzung von MCPD und Glycidol aus Ester-Derivaten. Glycidol wird anschließend in 3-MCPD umgewandelt. Dieses Dokument besteht aus zwei Probenvorbereitungen, die sich in der Anwendung interner Standards unterscheiden. Beide Vorbereitungen werden für die Bestimmung von estergebundenem 2-MCPD und 3-MCPD verwendet. In Teil A wird ein vorläufiges Ergebnis für estergebundenes Glycidol bestimmt. Da das in der Probe vorhandene 3-MCPD zu einem geringen Grad durch die Probenvorbereitung in induziertes Glycidol umgewandelt wird, dient Teil B dazu, die Menge des induzierten Glycidols zu bestimmen, die anschließend von dem vorläufigen Glycidolergebnis aus Teil A abgezogen wird. Durch die Anwendung von isopenmarkierten freien MCPD-Isomeren in Prüfung A und isopenmarkiertem estergebundenem 2-MCPD und 3-MCPD in Teil B kann die Effizienz der Esterspaltung überwacht werden. Beide Prüfungen A und B basieren auf der Freisetzung der Zielanalyten 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol aus der estergebundenen Form durch eine langsame alkalisch katalysierte Alkoholyse in der Kälte. In beiden Probenvorbereitungen wird die Reaktion durch die Hinzugabe einer angesäuerten konzentrierten Natriumbromidlösung gestoppt, um das instabile und flüchtige Glycidol in 3-MCPD umzuwandeln, das mit 3-MCPD vergleichbare Eigenschaften hinsichtlich seiner Stabilität und des chromatographischen Verhaltens aufweist. Darüber hinaus verhindert der erhebliche Überschuss an Bromidionen die unerwünschte Bildung von 3-MCPD aus Glycidol im Fall von Proben, die natürlich auftretende Chloridmengen enthalten. Dieses Dokument ist anwendbar für die Bestimmung von

estergebundenem 3-MCPD, 2-MCPD und Glycidol in raffinierten und nicht raffinierten pflanzlichen Ölen und Fetten. Es gilt ebenfalls für tierische Fette und gebrauchte Frittieröle und -fette. Hierzu muss jedoch vor der Analyse dieser Matrices eine Validierungsstudie erfolgen. Alle freien Analyten in der Probe wären in den Ergebnissen enthalten, aber das Dokument erlaubt keine Unterscheidungen zwischen freien und gebundenen Analyten. Jedoch haben keine Forschungen zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments irgendeinen Nachweis eines Gehaltes an freien Analyten in Pflanzenölen und -fetten in gleicher Höhe wie der Gehalt an veresterten Analyten erbracht.

ISO 18363-3 [7] repräsentiert die AOCS Official Method Cd 29a-13 [8] [9]. Insgesamt gesehen basiert das Verfahren auf der Umwandlung von Glycidylestern in 3-MBPD-Ester und einer langsamen sauer katalysierten Freisetzung von MCPD und MBPD aus Esterderivaten. ISO 18363-3 basiert auf einer einzelnen Probenvorbereitung, in der Glycidylester in MBPD-Monoester umgewandelt werden. Anschließend werden die freien Analyten 2-MCPD, 3-MCPD und 3-MBPD durch langsame säurekatalysierte Alkoholyse freigesetzt. Das 3-MBPD repräsentiert den tatsächlichen Gehalt an gebundenem Glycidol. ISO 18363-3 kann für die Bestimmung von estergebundenem 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol in raffinierten und nicht raffinierten pflanzlichen Ölen und Fetten angewendet werden. Es kann auch für tierische Fette und gebrauchte Frittieröle und -fette gelten. Hierzu muss jedoch vor der Analyse dieser Matrizen eine Validierungsstudie erfolgen. Das Verfahren eignet sich für die Analyse von gebundenen (veresterten) Analyten, aber bei Bedarf kann ISO 18363-3 auch ohne die ursprüngliche Umwandlung von Glycidylestern angewendet werden. In diesem Fall wären sowohl freie als auch gebundene 2-MCPD- und 3-MCPD-Formen in den Ergebnissen enthalten und die Menge an freien Analyten kann als Differenz zwischen den beiden in zwei Konfigurationen vorgenommenen Bestimmungen berechnet werden. Jedoch haben keine Forschungen zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments irgendeinen Nachweis eines Gehaltes an freien Analyten in pflanzlichen Ölen und Fetten in gleicher Höhe wie der Gehalt an veresterten Analyten erbracht.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die parallele Bestimmung von Glycidol mit 2-MCPD und 3-MCPD, das in gebundener und freier Form in Ölen und Fetten vorkommt, fest. Das Verfahren basiert auf der alkalisch katalysierten Esterspaltung, der Umwandlung von freigesetztem Glycidol in Monobrompropandiol (MBPD) und der Derivatisierung der abgeleiteten freien Diöle (MCPD und MBPD) mit Phenylboronsäure (PBA). Obwohl freies MCPD und Glycidol in Fetten und Ölen nur in geringen bis vernachlässigbaren Mengen vorhanden sein sollen, würden sie, falls freie Analyten vorhanden sind, proportional zu den Ergebnissen beitragen. Die Ergebnisse sind immer die Summe der freien und gebundenen Form eines einzelnen Analyten.

Dieses Verfahren ist für feste und flüssige Fette und Öle anwendbar. Dieses Dokument kann auch für tierische Fette und gebrauchte Frittieröle und -fette gelten. Hierzu ist jedoch vor der Analyse dieser Matrizen eine Validierungsstudie vorzunehmen.

Milch- und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) sind vom Anwendungsbereich dieses Dokuments ausgenommen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

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

3.1 gebundenes 2-MCPD

Summe aller 2-MCPD-Derivate, die durch alkalisch katalysierte Alkoholyse gespalten werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Gehalt des gebundenen 2-MCPD wird in Milligramm je Kilogramm (mg/kg) angegeben.

3.2 gebundenes 3-MCPD

Summe aller 3-MCPD-Derivate, die durch alkalisch katalysierte Alkoholyse gespalten werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Gehalt des gebundenen 3-MCPD wird in Milligramm je Kilogramm (mg/kg) angegeben.

3.3 gebundenes Glycidol

Summe aller durch alkalisch katalysierte Alkoholyse gespaltenen Glycidyl-derivate

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Gehalt des gebundenen Glycidols wird in Milligramm je Kilogramm (mg/kg) angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Für die Bestimmung des gebundenen 2-MCPD, des gebundenen 3-MCPD und des gebundenen Glycidols als freies 2-MCPD, freies 3-MCPD und freies 3-MBPD (3-Monobrompropandiol) werden zwei Aliquote (A und B) der Probe mit Surrogatstandards (d_5 -2-MCPD, d_5 -3-MCPD, d_5 -Glycidylester in Probe A und d_5 -2-MCPD-1,3-Diester, d_5 -3-MCPD-1,2-Diester in Probe B) versetzt und in Diethylether gelöst. Beide Proben werden parallel verarbeitet. Die Hinzugabe einer verdünnten Lösung aus Natriumhydroxid oder Natriummethoxid in Methanol in der Kälte wird freies 2-MCPD, freies 3-MCPD und freies Glycidol über einen Zeitraum von 8 h bis 12 h freisetzen. Diese Reaktion wird durch die Hinzugabe eines Überschusses an Natriumbromid in saurer Lösung gestoppt. Freies Glycidol reagiert unter sauren Bedingungen mit anorganischem Bromid zu 3-MBPD und einer kleinen Menge 2-MBPD. Unerwünschte nichtpolare Bestandteile in der Probe werden durch doppelte Extraktion der wässrigen Phase mit Isohexan entfernt. Die Analyten werden zusammen mit den Surrogatstandards durch mehrfache Extraktion der wässrigen Phase mit Diethylether, Ethylacetat oder einer Mischung aus beiden Lösemitteln in eine organische Phase überführt. Die Derivatisierung findet in der organischen Phase durch Reaktion mit PBA statt. Um überschüssige Mengen des PBA zu entfernen, werden die Analyten konzentriert und anschließend in ein inertes organisches Lösemittel überführt. Das Probenextrakt wird anschließend über einer kleinen Menge wasserfreiem Natriumsulfat platziert und unter einem Stickstoffstrom bis zur Trockne eingedampft, bevor es schließlich erneut in *Iso*-Oktan für die Messung mittels GC/MS gelöst wird.

Die alkalisch katalysierte Umesterung in der Kälte minimiert die unerwünschte Umwandlung von 3-MCPD in Glycidol, die zu einem wesentlichen Teil stattfindet, wenn eine Reaktion bei Raumtemperatur durchgeführt wird. Nichtsdestotrotz kann im Fall großer vorhandener Mengen 3-MCPD selbst eine geringfügige Umwandlung in Glycidol die Glycidolergebnisse aus Prüfung A künstlich erhöhen. Um korrekte Glycidolergebnisse selbst bei einem hohen Gehalt an 3-MCPD zu erhalten, dient Prüfung B dazu, die unerwünschte Umwandlung von 3-MCPD zu Glycidol durch Ermittlung der Menge des d_5 -Glycidols, die durch die Probenvorbereitung aus d_5 -3-MCPD-Diesters generiert wurde, zu bestimmen. Das entsprechende Umwandlungsverhältnis wird für die Korrektur des aus Prüfung A abgeleiteten Glycidolwerts verwendet. Als weiteren Punkt ist zu berücksichtigen, dass 3-MCPD etwa 1,2-mal schneller über Glycidol in 3-MBPD umgewandelt wird als 3-MCPD- d_5 über Glycidol- d_5 in 3-MBPD- d_5 . Dementsprechend muss der Isotopenfaktor $I = 1,2$ für die quantitative Bestimmung der zufällig aus dem nicht markierten 3-MCPD durch die alkalische Behandlung in Prüfung A generierten Glycidolmenge berücksichtigt werden.

Die Quantifizierung der Analyten erfolgt durch interne Einpunkt-Kalibrierung unter Verwendung der entsprechenden d_5 -Ester als Surrogatstandards. Eine externe Kalibrierung ist daher nicht erforderlich. Gleichmaßen muss keine Analyt-Wiederfindung berücksichtigt werden. Die Spaltungsraten von MCPD-Mono- und -Diestern können sich jedoch unterscheiden und da nur d_5 -MCPD-Diester als interne Standards dienen, sollte der Grad der Esterspaltung in größerem Rahmen stattgefunden haben. Der Schwankungsgrad der Esterspaltung wird deshalb durch die Berechnung der Differenzen zwischen den 3-MCPD-Ergebnissen aus Prüfung A und B überwacht. Hinsichtlich Informationen zur Ableitung quantitativer Daten aus entsprechenden Chromatogrammen siehe Angabe der Ergebnisse [9] und Anhang A.

Da 3-MCPD in bestimmten für Nassfestharze und für andere Zwecke verwendeten Polymeren auftreten kann, ist auch ein Auftreten aus der Anwendung von Verbrauchsmaterialien, z. B. Fläschchen mit Schraubverschluss oder Filter, möglich. Das Ausheizen der Laborglaswaren bei 400 °C bis 500 °C kann dieses Problem reduzieren. Die Anwendung nicht kontaminierter Materialien ist eine bessere Lösung.