

Γενικό Χημείο του Κράτους
Εργαστήριο της Δ/σης Τροφίμων
Εργαστήριο του Α' Τμ. – Δ' ΧΥ Αθηνών
ΒΑΣΙΛΗΣ ΤΖΑΜΤΖΗΣ
ΒΑΣΙΛΙΚΗ ΠΑΝΑΓΙΩΤΟΠΟΥΛΟΥ

Προσδιορισμός υδρογονανθράκων
Ορυκτελαίου σε Φυτικά Έλαια

- Δείγμα 1 g + Εσωτ. Πρότυπο C20 (n-αλκάνιο 2000 ppm σε ισοοκτάνιο NEOCHEMA)
- Απομόνωση των υδρογονανθράκων με χρωματογραφία στήλης (silica 60, Merck 7754 ή ισοδύναμη) έκλουση με εξάνιο, υψηλής καθαρότητας (trace organic analysis)
- Προσδιορισμός με GC-FID και Cold On Column εισαγωγή δείγματος
- Η μέθοδος βασίζεται στην επίσημη μέθοδο προσδιορισμού των κηρών του ελαιόλαδου:
- Καν. 2568/91 “Χαρακτηριστικά ελαιολάδου και μέθοδοι ανάλυσης”

Συνθήκες Αέριου Χρωματογράφου (GC) : τύπος 1

Φούρνος : 80° C $\xrightarrow{5^\circ \text{ C/min}}$ 340° C $\xrightarrow{20 \text{ min}}$

Ανιχνευτής : FID at 350° C

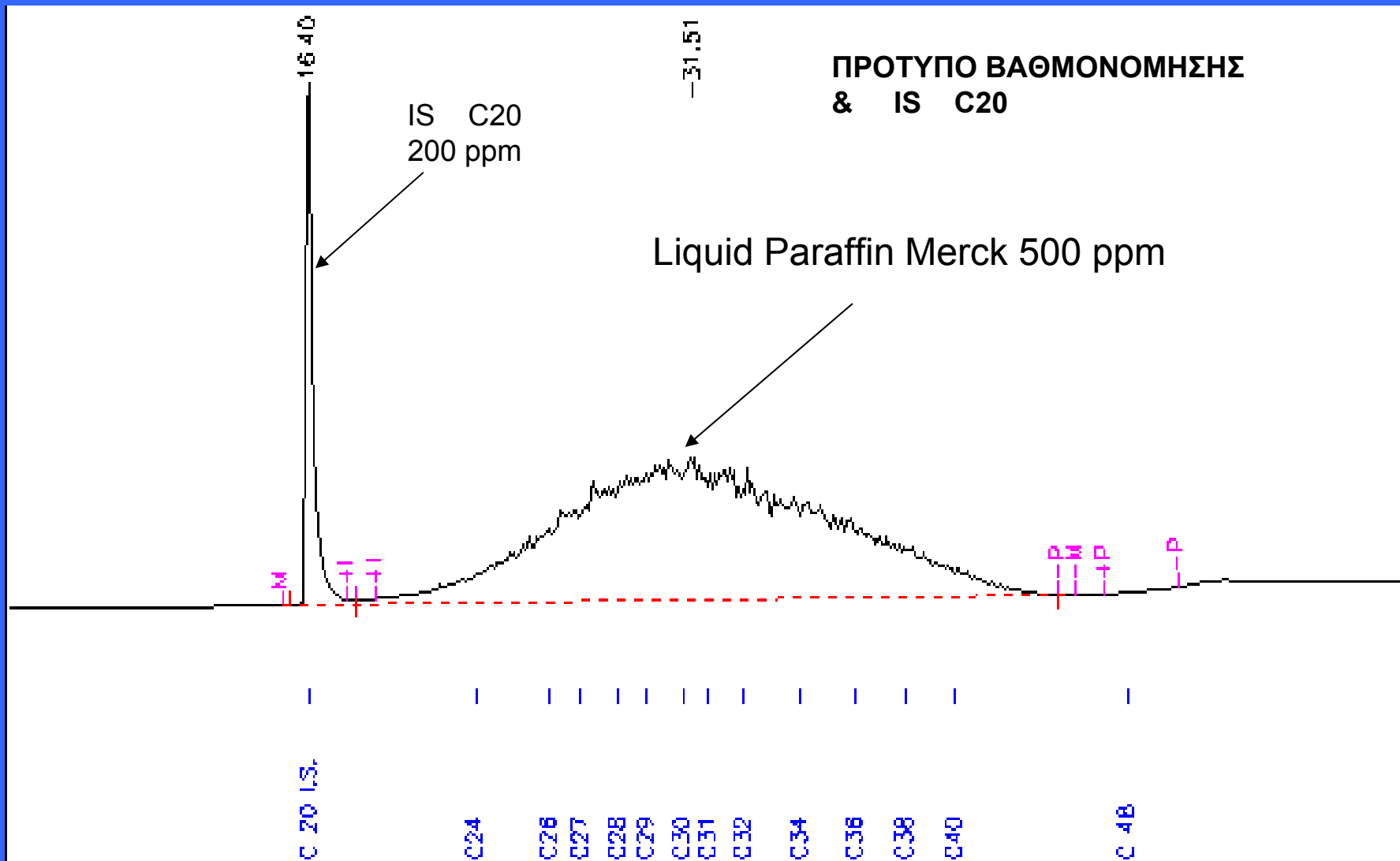
Στήλη DB5 ή ισοδύναμη : 10m , i.d. : 0.32mm film thickness 0.25um

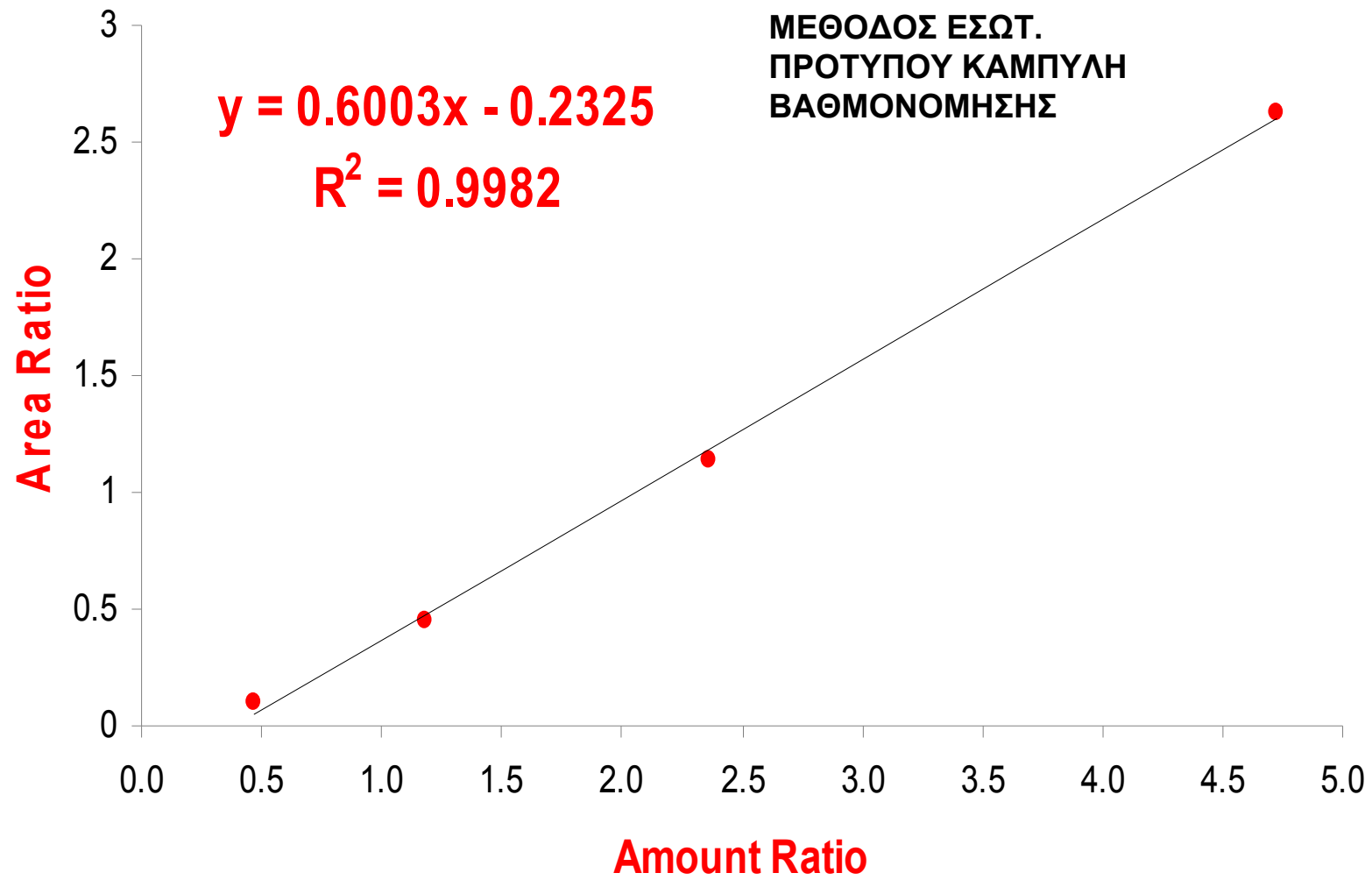
Προ-στήλη: 70cm, i.d. 0.53mm

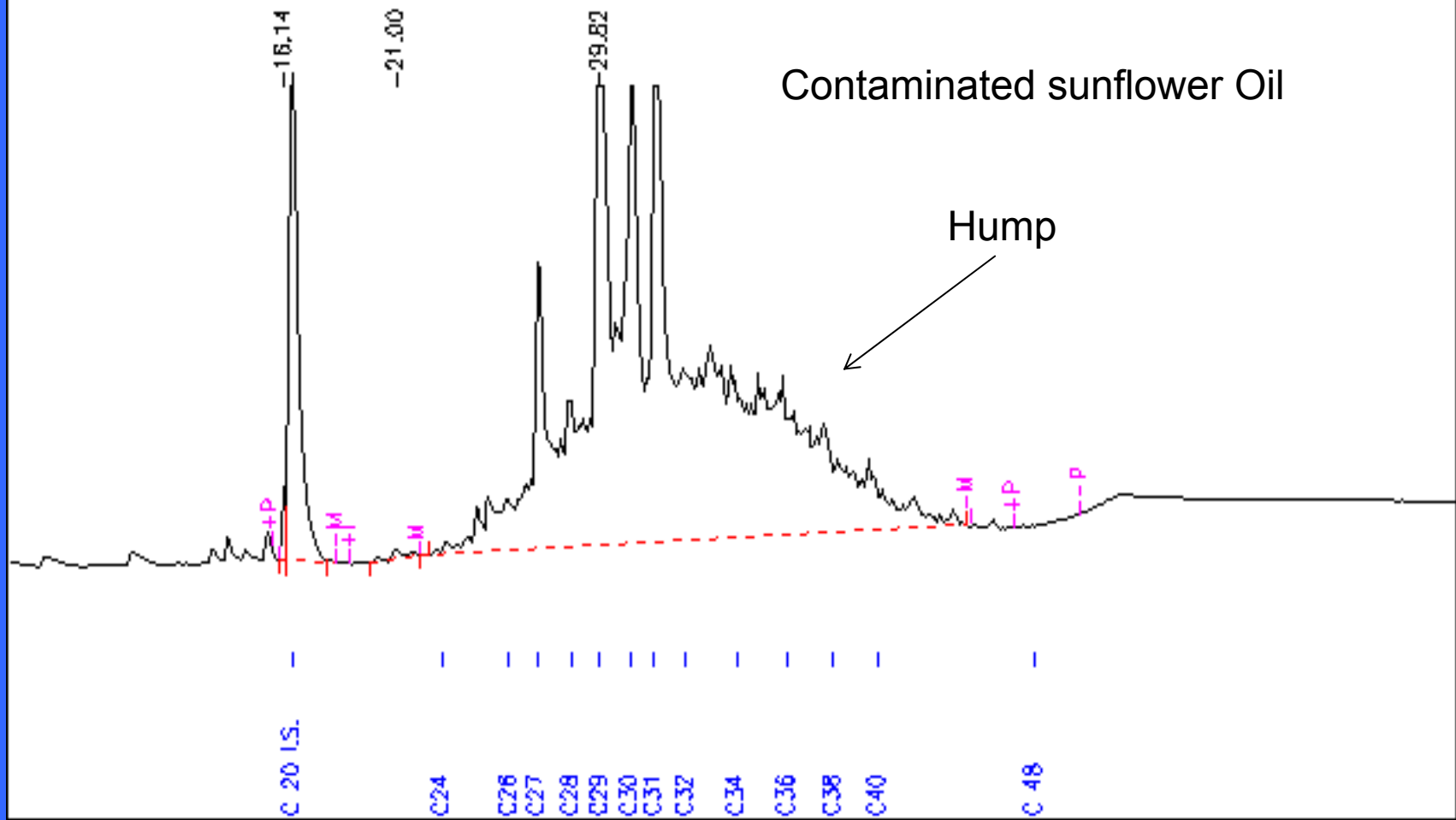
Τύπος εισαγωγής : Cold on Column : ακολουθεί τη θερμ. του Φούρνου. Όγκος ενέσιμου 1 μl, δεν είναι απαραίτητη η χρήση αυτόματου δειγματολήπτη λόγω της ύπαρξης εσωτερικού προτύπου

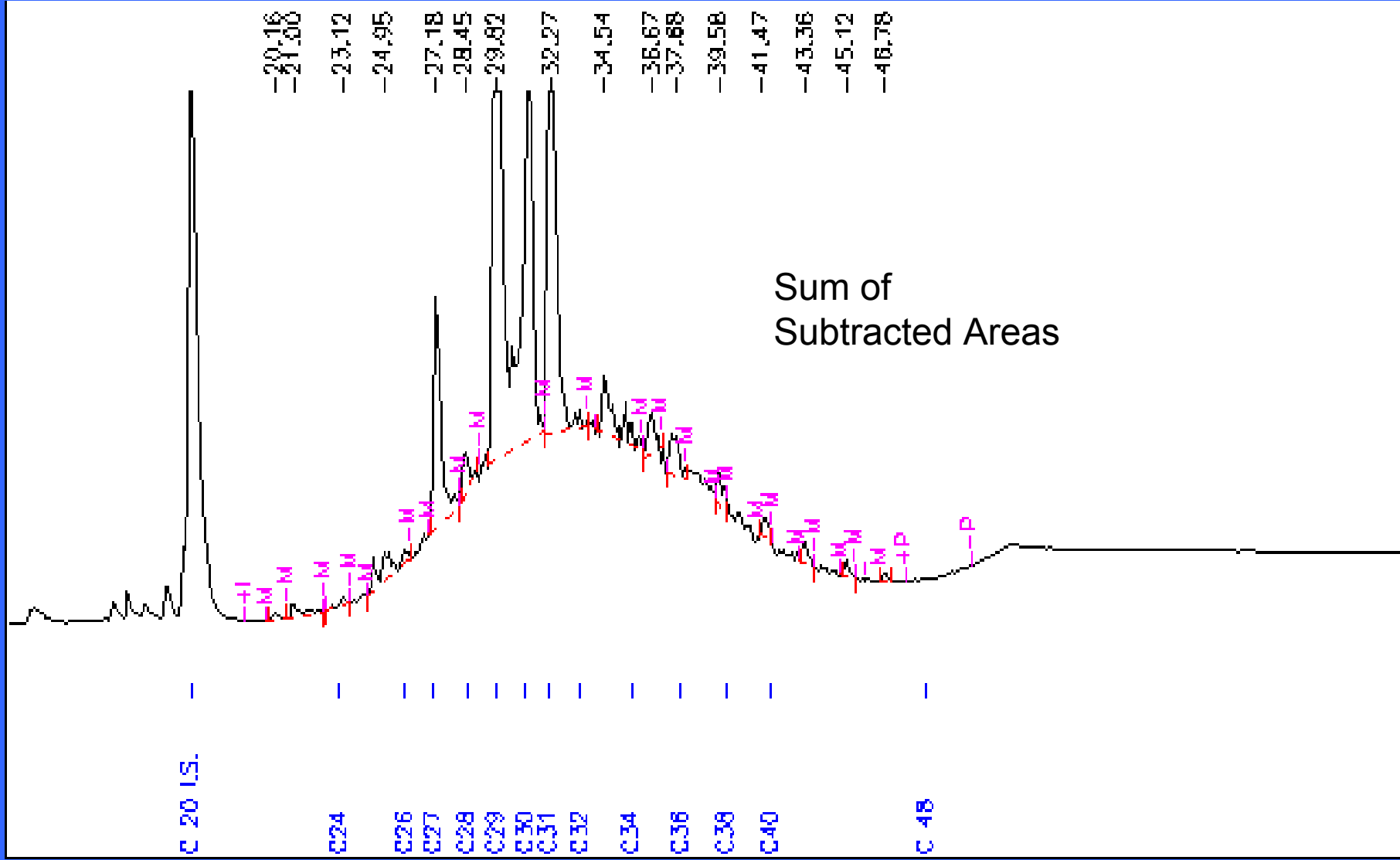
Πρότυπο Βαθμονόμησης :

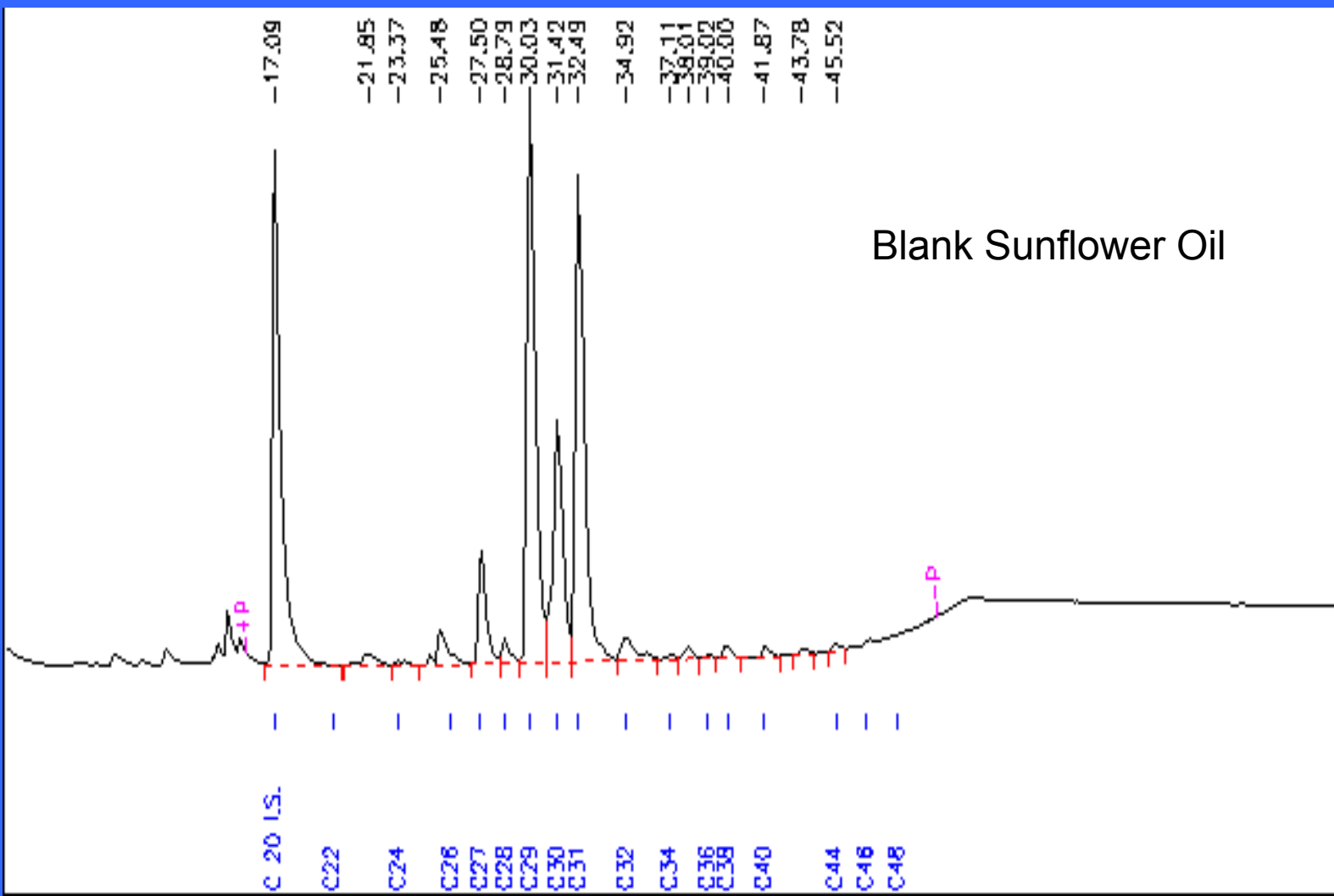
Liquid Paraffin Merck Cat. No : 1.07160.9026 paraffin viscous











Συνθήκες Αέριου Χρωματογράφου (GC) : *τύπος 2*



Ανιχνευτής : FID at 350° C

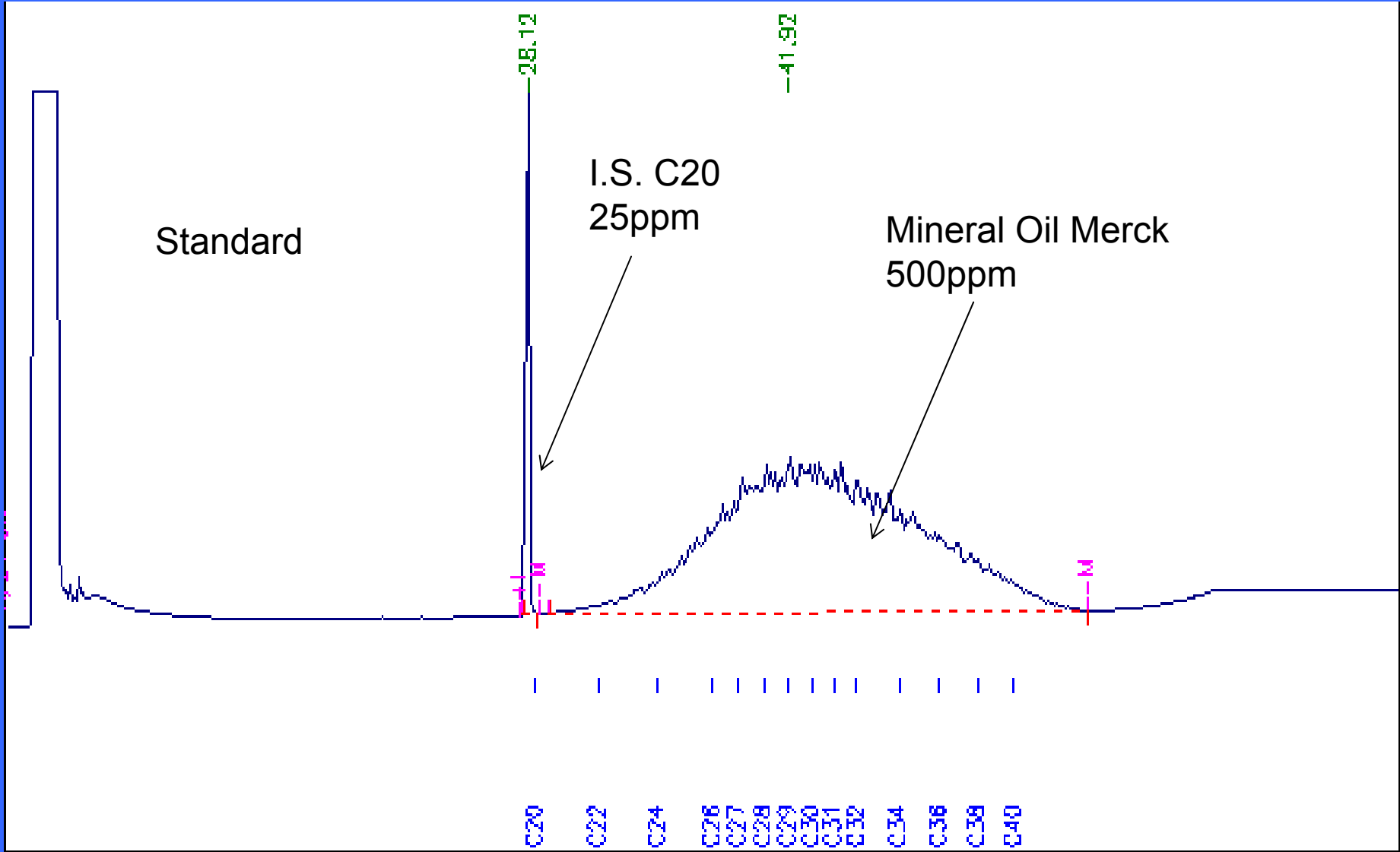
Στήλη DB1 ή ισοδύναμη : 10m , i.d. : 0.25mm film thickness 0.15um

Προ-στήλη: 5m, i.d. 0.53mm deactivated

Τύπος εισαγωγής : Cold on Column : ακολουθεί τη θερμ. του Φούρνου. Όγκος ενέσιμου 4 μl, δεν είναι απαραίτητη η χρήση αυτόματου δειγματολήπτη λόγω της ύπαρξης εσωτερικού προτύπου

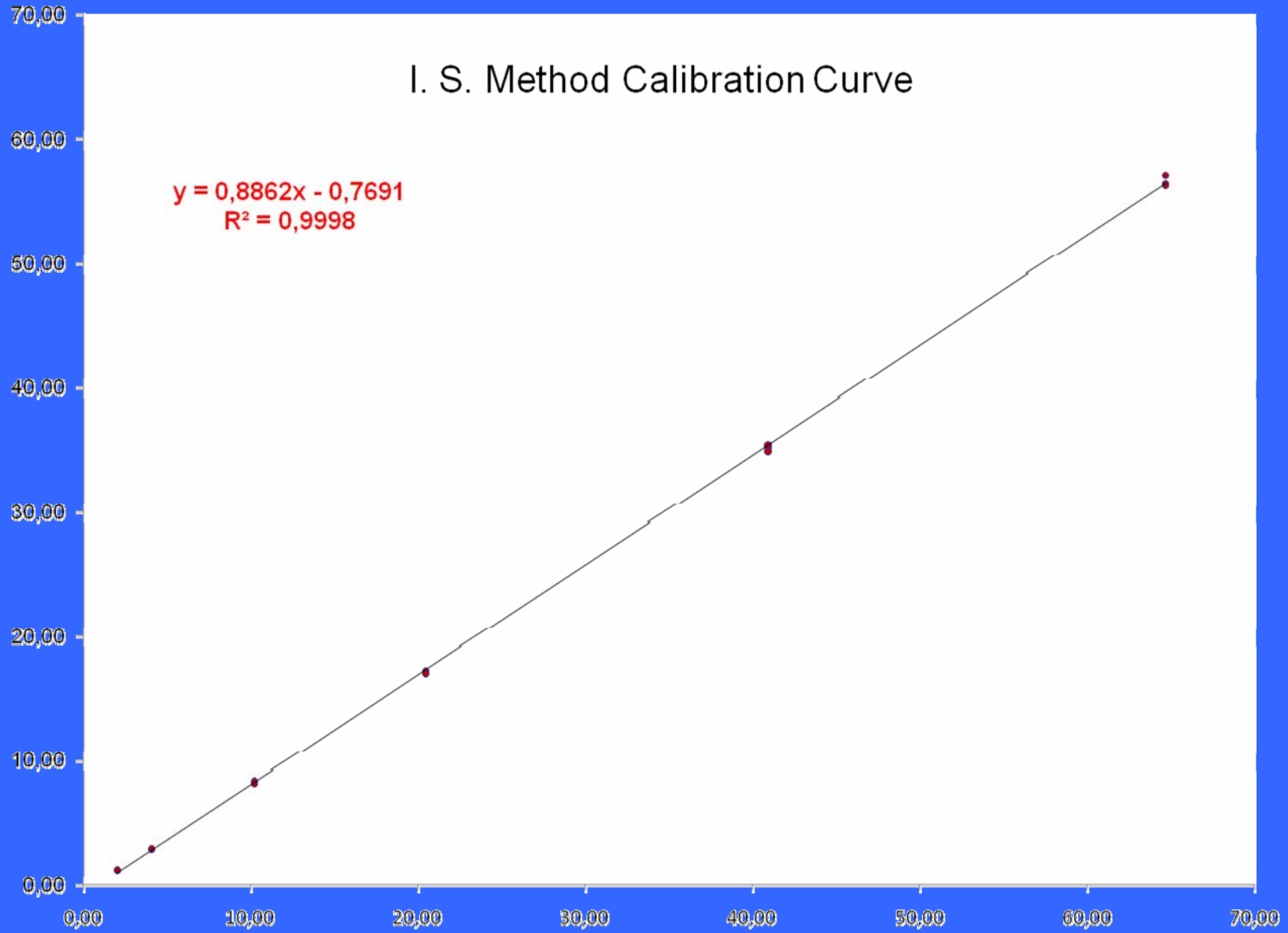
Πρότυπο Βαθμονόμησης :

Liquid Paraffin Merck Cat. No : 1.07160.9026 paraffin viscous

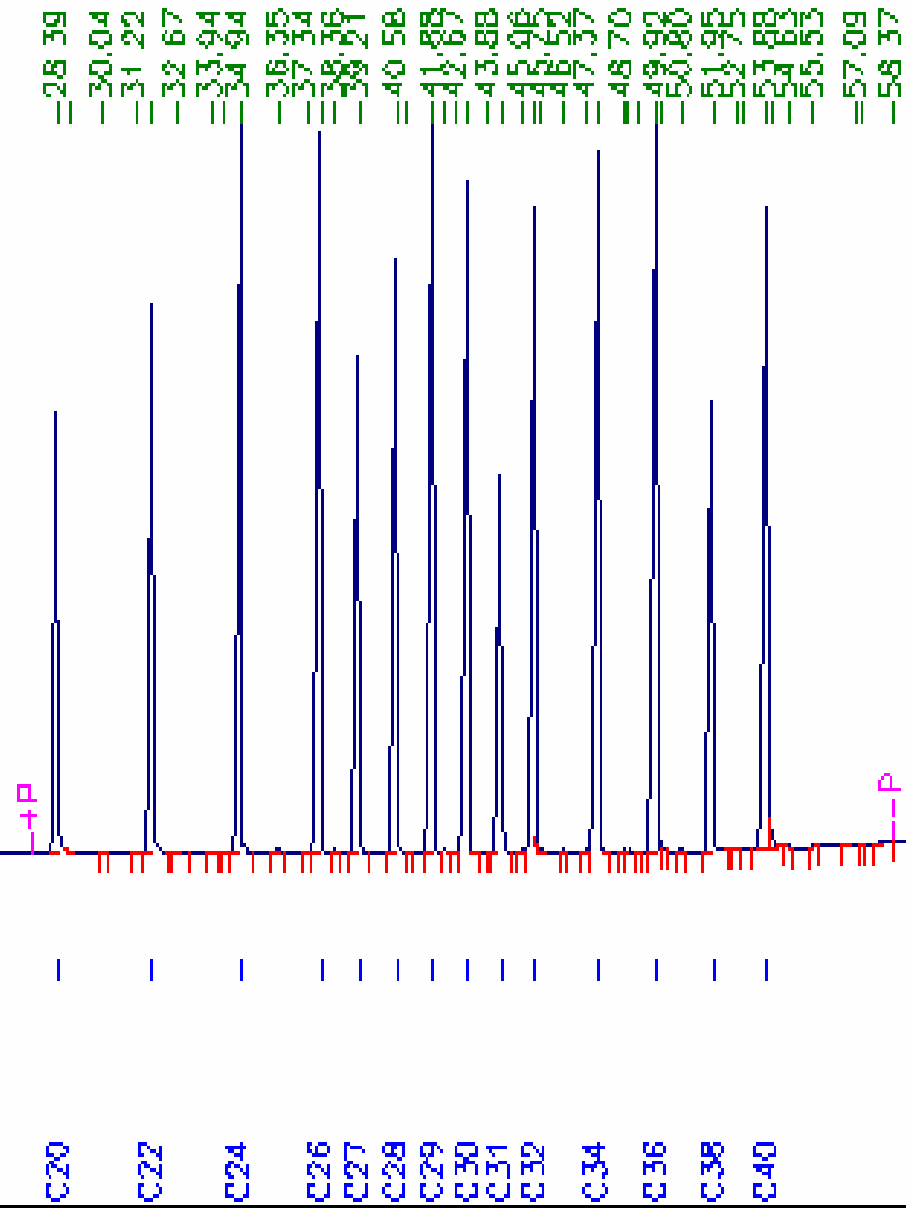


I. S. Method Calibration Curve

$$y = 0,8862x - 0,7691$$
$$R^2 = 0,9998$$



C20-C40



Blank
Sunflower Oil

27.02
28.20

41.83

+I

-M

+I

-M

-M

C20

C22

C24

C26

C27

C28

C29

C30

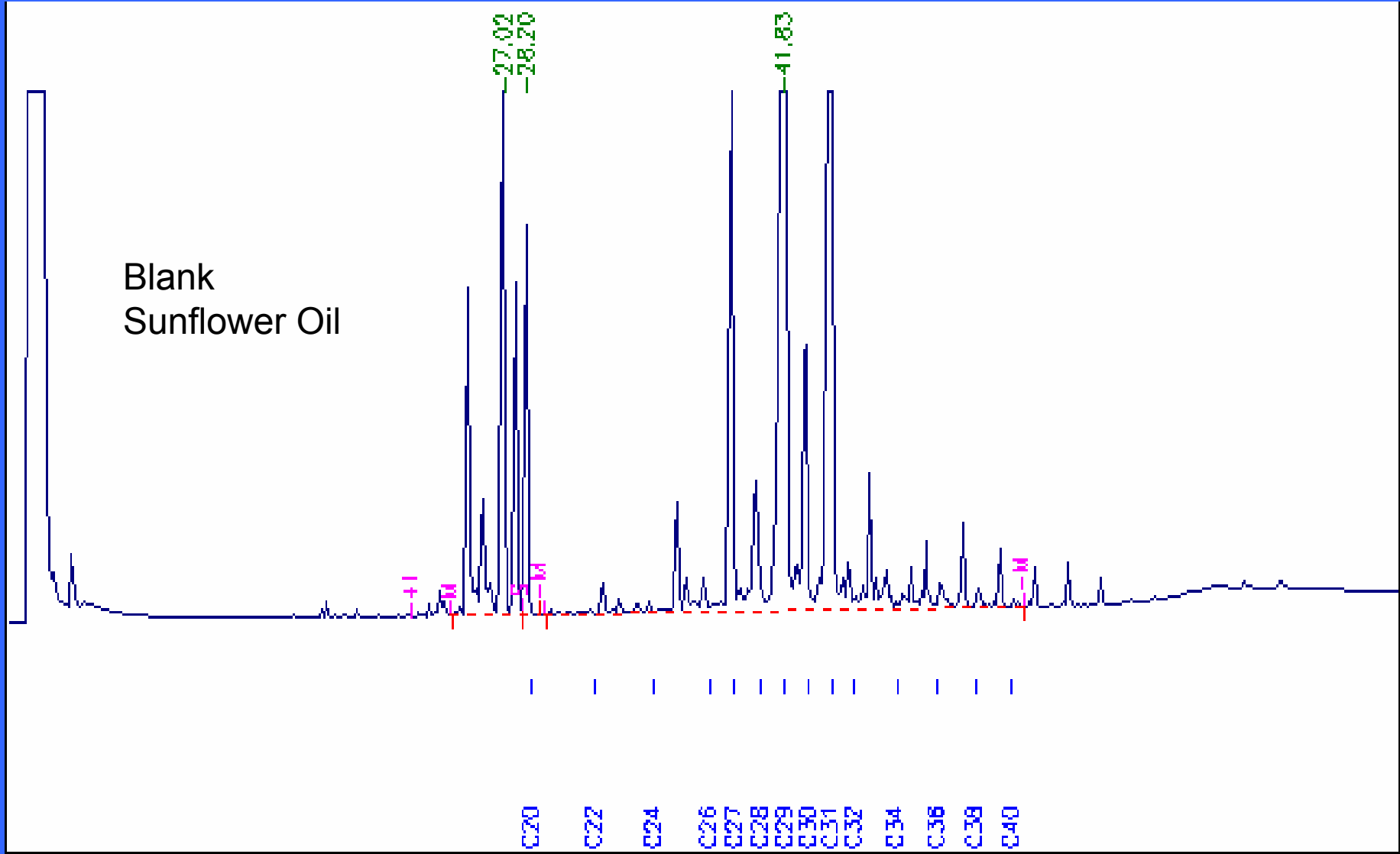
C32

C34

C36

C38

C40



Contaminated
Sunflower Oil

27.77

41.94

C20

C22

C24

C26

C27

C28

C29

C30

C31

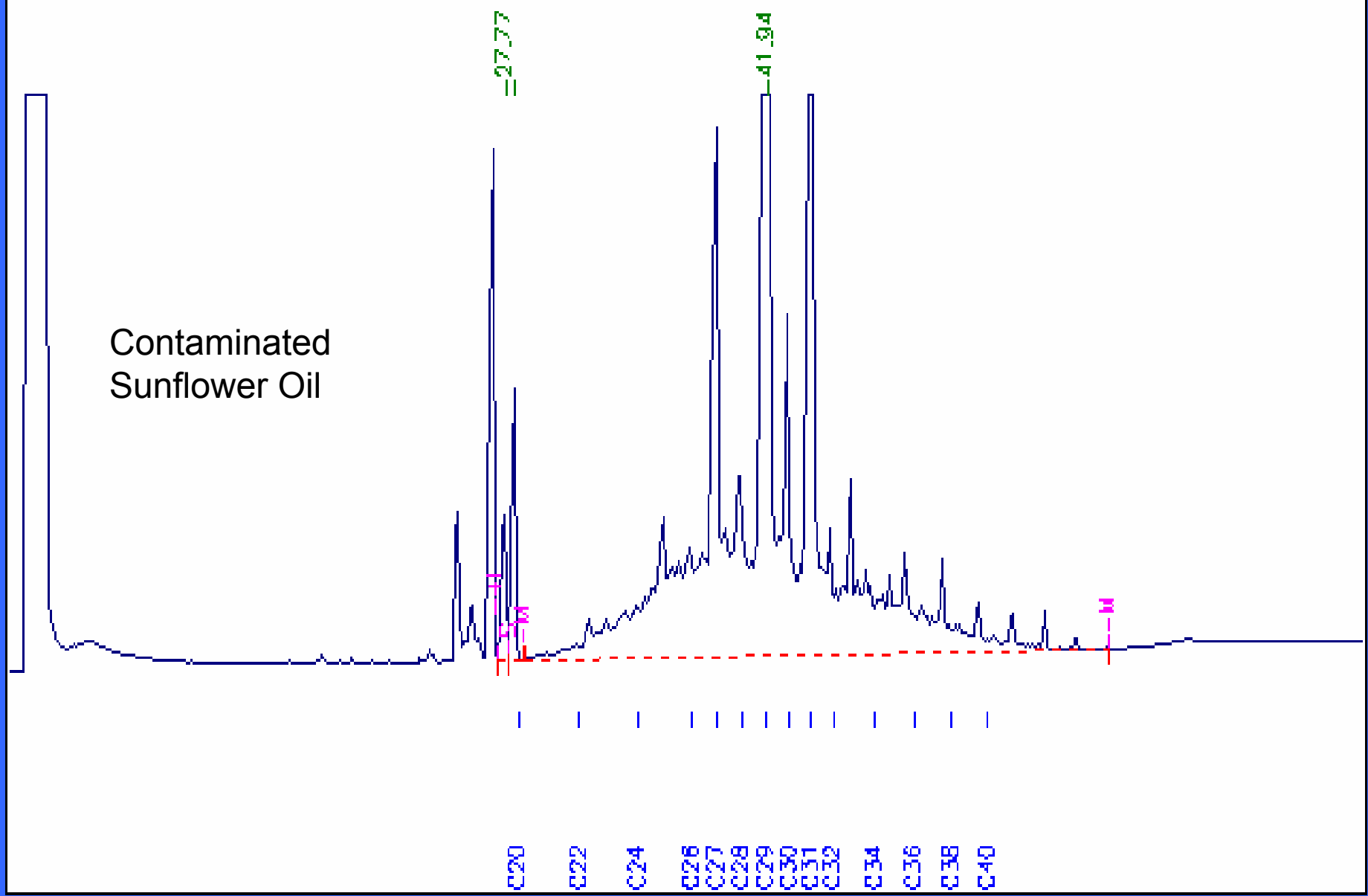
C32

C34

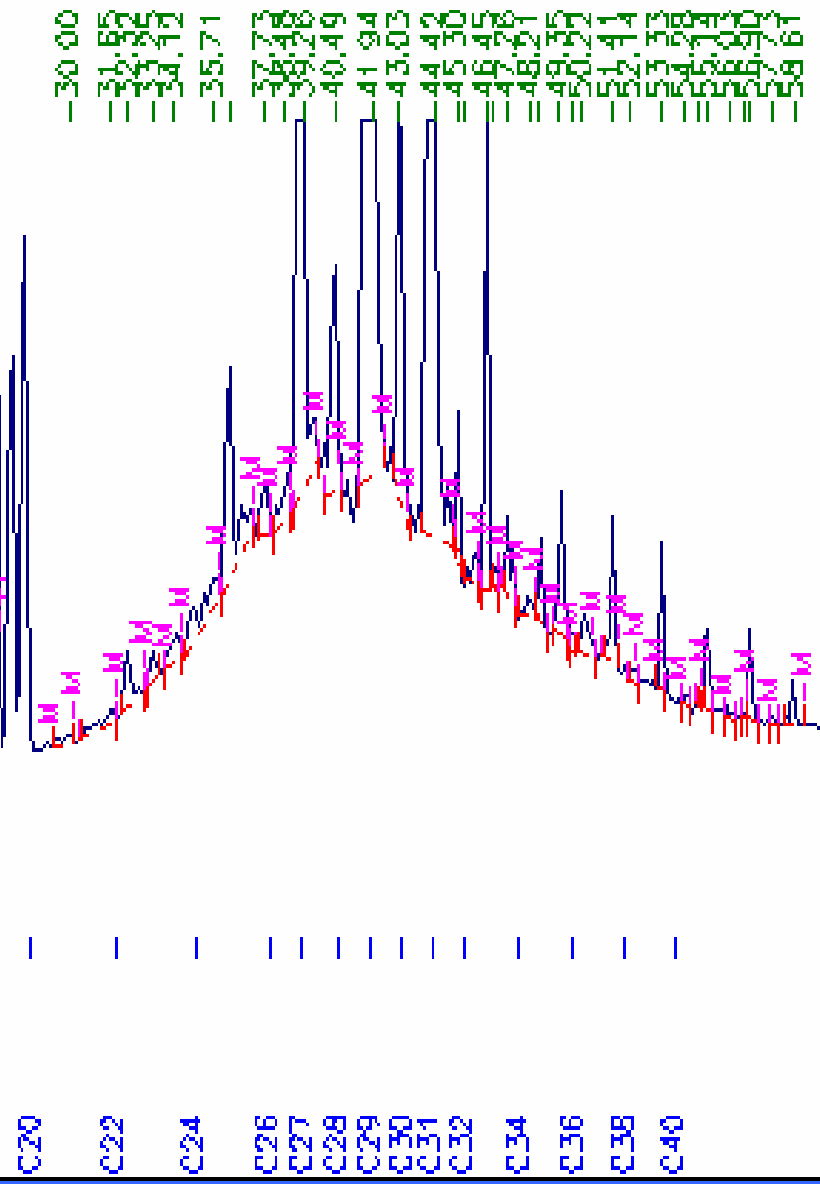
C36

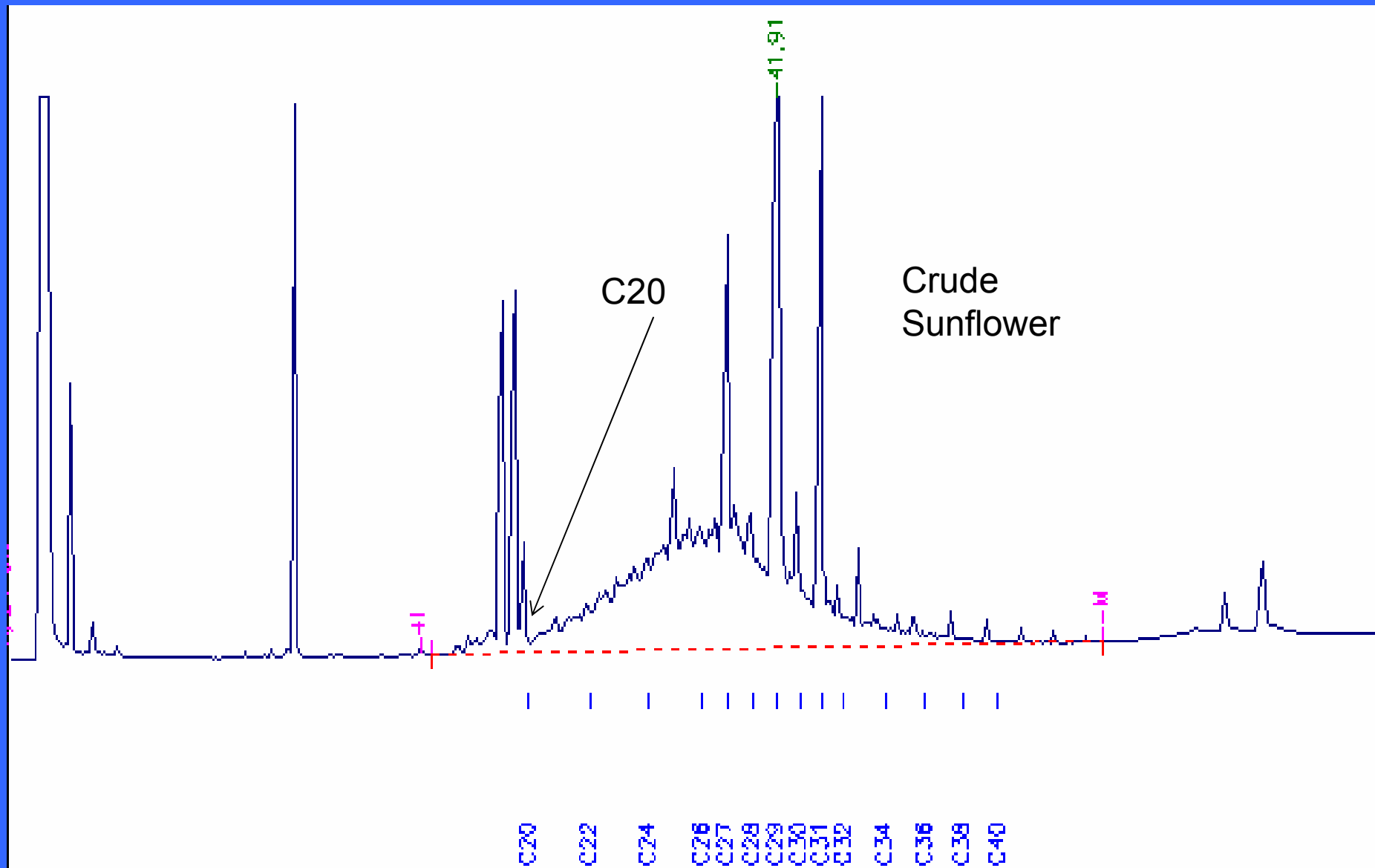
C38

C40



Contaminated
Sunflower Oil –
Subtracted
Areas





ΣΤΟΙΧΕΙΑ ΕΠΙΚΥΡΩΣΗΣ

Όριο Ανίχνευσης (LOD)	10 ppm
Όριο Ποσοτικού Προσδιορισμού (LOQ)	30 ppm
Ανάκτηση	99 %
Αβεβαιότητα σε επίπεδο 100 ppm	10%

Το επίπεδο (LOD) 10 ppm στο έλαιο καλύπτει την ημερήσια ανεκτή πρόσληψη (ADI) για το Class II και III μεσαίου και χαμηλού ιξώδους παραφινέλαιο που είναι 0-0.01 mg/kg βάρος σώματος ανά ημέρα

Ανάγκη Οργάνωσης Διεργαστηριακών Δοκιμών

- Από τις πρώτες αναφορές αποτελεσμάτων μέσω του συστήματος RASF έγινε αντιληπτό ότι η έκφραση αυτών διέφερε μεταξύ των εργαστηριών της Ε.Ε.
- Η Ε.Ε μαζί με τα συμφωνηθέντα όρια που ίσχυσαν ή ισχύουν έδινε και οδηγίες ποσοτικοποίησης των ευρημάτων.
- Ήταν εμφανές ότι θα έπρεπε τα εργαστήρια να εκφράζουν τα αποτελέσματα με τον ίδιο τρόπο.
- Η Ε.Ε και η Επίσημη Αρχή Ελέγχου Τροφίμων του Καντονίου της Ζυρίχης, οργάνωσαν το Σεπτ. 2008, Σεμινάριο με θέμα “Mineral oil material in foods: analytical methods, occurrence, evaluation”.

Πρόγραμμα Διεργαστηριακών Δοκιμών JRC-IRMM, Geel-Βελγίου

- Ο 1^{ος} Κύκλος Δοκιμής αφορούσε το υπόστρωμα του ηλιελαίου (ακατέργαστο, ραφινάρισμένο). Τα αποτελέσματα του οποίου αναμένονται.
- Και τα δύο εργαστήρια του Γ.Χ.Κ συμμετείχαν στην Διεργαστηριακή Δοκιμή που οργάνωσε, το Δεκ. 2008, το Ερευνητικό Κέντρο (JRC-IRMM), της Ε.Ε στο Geel – Βελγίου.
- Θα ακολουθήσουν και κύκλοι δοκιμών σε υποστρώματα διαφορετικών ειδών σπορέλαιων, ανάλογα των γενικότερων συμπερασμάτων του 1^{ου} Κύκλου Δοκιμής.

ΕΞΕΛΙΞΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

- ✓ Εφαρμογή της **Large Volume (LV) on-column injection**
- ✓ Προμήθεια κατάλληλων συστημάτων αέριας χρωματογραφίας για την υποστήριξη της τεχνικής **LV**
- απαιτούμενη ποσότητα δείγματος **250 mg**
- απαιτούμενος όγκος εξανίου έκλουσης **5 ml**
- απαιτούμενη ποσότητα silica gel **3g**
- γυάλινη μικρή στήλη των **6ml** μιας χρήσεως
- ενέσιμος όγκος **40μl**
- Απαιτούμενος χρόνος / 10 δείγματα **περίπου 10 h**

Ευχαριστούμε:

- ✚ τους συναδέλφους χημικούς των εργαστηρίων της Δ/νσης Τροφίμων & του Α΄ Τμ. της Δ΄ ΧΥ Αθηνών
- ✚ τη διοίκηση του ΓΧΚ και του Υπ. Οικονομικών για την αμέριστη εμπιστοσύνη και υλικοτεχνική βοήθεια