CH 15.2.

Stanovenie ropných látok metódou GC/FID

1 PRINCÍP METÓDY

Po prečistení oleja na chromatografickej kolóne so silikagélom sa po analýze porovnaná chromatografický záznam s olejom bez prítomnosti ropných látok a v prípade jeho prítomnosti sa triangulácíou plochy stanoví obsah ropných látok.

2 POUŽITEĽNOSŤ METÓDY

Metóda je vhodná na zistenie prítomnosti ropných látok v slnečnicovom, repkovom a sójovom oleji.

3 CHEMIKÁLIE A ROZTOKY

3.1 Čisté chemikálie

3.1.1 n-hexán
3.1.2 Silica gel 60
3.1.3 Parafín viskózny
3.1.4 Hexadecane C16 p.a.
3.1.5 Tetracontane C40 p.a.
3.1.6 1-tridecene C13:1 p.a.
3.1.7 Tetradecane C14 p.a.

3.2 Štandardné roztoky

3.2.1 Štandardný roztok parafínu, c=1000mg/l
10mg parafínu (3.1.3) navážiť do 10ml odmernej banky a doplniť po značku hexánom (3.1.1). Roztok uchovávať v mrazničke.

3.2.2 Zásobný roztok alkanes-mix 12 (C8-C40), c=100mg/l

3.2.3 Štandardný roztok alkanes-mix 12 (C8-C40), c=1mg/l
Do 5 ml odmernej banky dať mikrostriekačkou 50ul zásobného roztoku alkanes-mix 12 (3.2.2) a doplniť po značku hexánom (3.1.1). Roztok uchovávať v mrazničke.

3.2.4 Zásobný roztok interného štandardu C16 (3.1.4), c=1mg/ml
Do 10 ml odmernej banky navážiť 10mg interného štandardu C16, pridať cca 3ml hexánu, dôkladne rozpustiť C16 a doplniť po značku hexánom (3.1.1).

3.2.5 Zásobný roztok interného štandardu C40 (3.1.5), c=1mg/ml
Do 10 ml odmernej banky navážiť 10mg interného štandardu C40, pridať cca 3ml hexánu, dôkladne rozpustiť C40 a doplniť po značku hexánom(3.1.1) .

3.2.6 Zásobný roztok interného štandardu C13:1 (3.1.6), c=1mg/ml
Do 10 ml odmernej banky navážiť 10mg interného štandardu C13:1, pridať cca 3ml hexánu, dôkladne rozpustiť C16 a doplniť po značku hexánom(3.1.1) .

3.2.7 Pracovný roztok kombinovaného interného štandardu C16,C40 a C13:1, c=50µg/ml
Do 10 ml odmernej banky napipetovať po 0,5ml z každého zásobného roztoku interných štandardov 3.2.4-3.2.6. Doplniť po značku hexánom (3.1.1).

3.2.8 Zásobný roztok verifikačného štandardu C14 (3.1.7), c=1mg/ml
Do 10 ml odmernej banky navážiť 10mg interného štandardu C14, pridať cca 3ml hexánu, dôkladne rozpustiť C14 a doplniť po značku hexánom(3.1.1) .

3.2.9 Pracovný roztok verifikačného štandardu C14, c=50µg/ml
Do 10 ml odmernej banky napipetovať 0,5ml zásobného roztoku verifikačného štandardu C14 (3.2.8) a doplniť po značku hexánom(3.1.1) .

3.2.10 Kalibračný olej, c= 100mg/kg
K 250mg negatívneho slnečnicového oleja pridať 25µl zo štandardného roztoku parafínu 1000mg/l (3.2.1). Dôkladne premiešať.

4 PRÍSTROJE A POMÔCKY

4.1 analytické váhy
4.2 plynový chromatograf s FID detektorom Agilent 7890A
4.3 kapilárna kolóna WCOT-fused silica - 25m x 0,25mm ID, DF=0,1 coating tap for triglycerides
4.4 sklenená kolónka
4.5 vodík 5.0
4.6 syntetický vzduch WM frei
4.7 termovap
4.8 laboratórne sklo

5 PRACOVNÝ POSTUP

5.1 Príprava vzorky

5.1.1 Príprava kolónky
Na dno kolónky dať vypálenú sklenú vatu, potom navážiť 4g silikagélu (3.1.2). Aktivovať prekvapkaním 4ml hexánu a následne ešte 1,5ml hexánu.

5.1.2 Príprava vzorky
Do 1,5ml vialky odvážiť 500mg oleja, pridať 25µl pracovného roztoku kombinovaného interného štandardu (3.2.7). Rozpustiť v 250µl hexánu. Preniesť na kolónku, vialku vypláchnuť 200µl hexánu a pridať na kolónku. Prekvapkať s 1,3ml hexánu. Následne pridať a zbierať 3ml hexánu. Po prekvapkaní do zbernej vialky pridať 10 µl pracovného roztoku verifikačného štandardu (3.2.9).

5.1.3 Príprava system blank
Na kolónku pripravenú podľa 5.1.1 aplikovať 25µl kombinovaného IS (3.2.7) a pridať 250µl hexánu. Potom preliať 250µl hexánu a prekvapkať s 1,3ml hexánu. Následne pridať a zbierať 3ml hexánu. Po prekvapkaní do zbernej vialky pridať 10 µl pracovného roztoku verifikačného štandardu (3.2.9).

5.2 Chromatografická analýza

5.2.1 GC-podmienky – Agilent 7890A s kapilárnou kolónou
plynový chromatograf s FID detektorom s nastavením podmienok podľa návodu

- ✓ Teplota injektora: 360˚C
- ✓ Teplota detektora: 360˚C
- ✓ H_2 flow – 30ml/min

- ✓ Air flow – 300ml/min
- ✓ Makeup flow – 20ml/min
- ✓ Teplotný program: 1 min. pri 96°C, potom 30 ^{o}C/min do 270 ^{o}C, potom 5 ^{o}C/min do 350 ^{o}C a držať 5 min.
- ✓ Nástrek: 0,5 µl

6 VYHODNOTENIE VÝSLEDKOV MERANIA

Veľkosť plochy ropných látok v štandarde a vo vzorkách je získaná triangulácíou.

A=b*h/2, kde b je dĺžka základne trojuholníka v mm
h je výška trojuholníka v mm
A je plocha trojuholníka v mm^2
Vyhodnotenie sa vykoná pomocou sheetu v programe Excel vypocet_obsah_min_olej.

7 ZOZNAM SKRATIEK

GC – plynová chromatografia
FID – plameňovoionizačný detektor
IS - vnútorný štandard
ŠPP - štandardný pracovný postup

8 POUŽITÁ LITERATÚRA

8.1 Ch. Wagner, H. P. Neukon, V. Galetti, K. Grob: Determination of Mineral Paraffins in Feeds and Foodstuffs by Bromination and Preseparation on Aluminium Oxide. Method and Results of a Ring Test

8.2 A. S. McGill, C. F. Moffat, P. R. Machie, P. Cruieshank: The Composition and Concentration of n-Alkanes in Retail Samples of Edible Oils

8.3 Rozhodnutie Komisie 2008/433/ES z 10. júna 2008, ktorým sa zavádzajú osobitné podmienky pre dovoz slnečnicového oleja pochádzajúceho z Ukrajiny v dôsledku kontaminácie minerálnym olejom

8.4 K Grob, M. Biedermann, K. Fiselier: Mineral oil material in foods: analytical methods, occurence evaluation. Workshop of the European Commission and the Official Food Control Authority of the Canton of Zurich, 17.-18. September 2008, Zurich, Switzerland