

GC-FID ile Bitkisel Sıvı Yağlarda Mineral Yağ Kalıntı Analizi



Kimya Yüksek Müh. Hacer Özkan
Ant Teknik Cihazlar - Ankara Bölge
Aplikasyon Şefi

Zeytinyağı ve bitkisel yağlarla ilgili yasal düzenlemeler Türk Gıda Kodeksi'nde yer alan "Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği", "Bitki Adı ile Anılan Yağlar Tebliği" ve "Gıda ile Temas Eden Madde ve Malzemeler Yönetmeliği" gibi mevzuatlar kapsamında ele alınmakta ve Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı tarafından izlenmektedir. Mevzuatlarla söz konusu yağların tekniğine uygun üretiminin, hazırlanmasının, işlenmesinin ve pazarlanmasının sağlanması için özelliklerinin belirlenmesi hedeflenmektedir.

Bu kapsamda farklı yağ türlerine göre belirlenmiş olan kalite ve saflık kriterleri tüketici hak ve beklentilerinin karşılanması ve insan sağlığının yüksek seviyede korunması açısından izlenmektedir.

Zeytinyağı ve bitkisel yağlarda yağ asitleri metil ester kompozisyonu, ste-

rol analizleri, aroma bileşiklerinin tayini, ECN 42 analizleri, benzopiren analizi ve yağ endüstrisinde kullanılan metal ve plastik esaslı ambalajlarda monomer, katkı maddesi, metal analizleri, yapı tanımlaması, uçucu bileşiklerin analizleri, boyaların migrasyon testleri vb. testler için sıvı kromatografi, gaz kromatografi, UV, IR ve atomik absorpsiyon spektroskopisi ve kütle spektrometri gibi farklı analitik teknikler birarada kullanılmaktadır.

Bu makalede Gaz Kromatografisi (GC) tekniği ile bitkisel sıvı yağ örneğinde mineral yağların aranması ve miktarının tayini uygulama örneğine yer verilmektedir. Mineral yağ, petrolün distilasyonu sonucu elde edilen; C10'dan C56'ye kadar farklı zincir uzunluğuna sahip doymuş alifatik ve akrilik hidrokarbonlardan oluşmaktadır. Doymuş ve doymamış alifatik hidrokarbonlar C24 zincir uzunluğuna kadar doğal bitkisel yağlarda bulunmaktadır. Mineral yağ, rafinerizasyon süresinde ürüne dahil olmaktadır.

Tablo 1. Analitik koşullar

Cihaz	: GC-2010
Dedektör	: FID
Kolon*	: Rtx-1 (15m x 0.53 mm x 0.15um)
Enj. Bloğu Türü	: SPL
Enj. Bloğu Sıcaklığı	: 250 °C
Enjeksiyon Modu	: Splitless
Akış Kontrol Modu	: Pressure
Basınç	: 13 kPa
Kolon Sıcaklık Programı	: 38 °C 2 dk 4 °C/min 60°C 1 dk 8 °C/min 300°C 10 dk
FID Sıcaklığı	: 320 °C

* Uygulamada Restek Rtx-5HT kolon da (30m x0.25 mm x0.25 um) kullanılabilir.

Bitkisel Sıvı Yağlarda Mineral Yağ (Hidrokarbon) Kalıntı Analizi

Uygulama, Ant Teknik aplikasyon uzmanları tarafından, Shimadzu marka GC-2010 model GC-FID cihazı kullanılarak ve ISO-9377-2 referans metoduna göre gerçekleştirilmiştir.

Ekstraksiyon Yöntemi:

Uygulanan ekstraksiyon yöntemi temel olarak; sıvı-katı ekstraksiyon tekniğine dayanmaktadır. Örnek hekzan ile çözülerek;

Hesaplama:

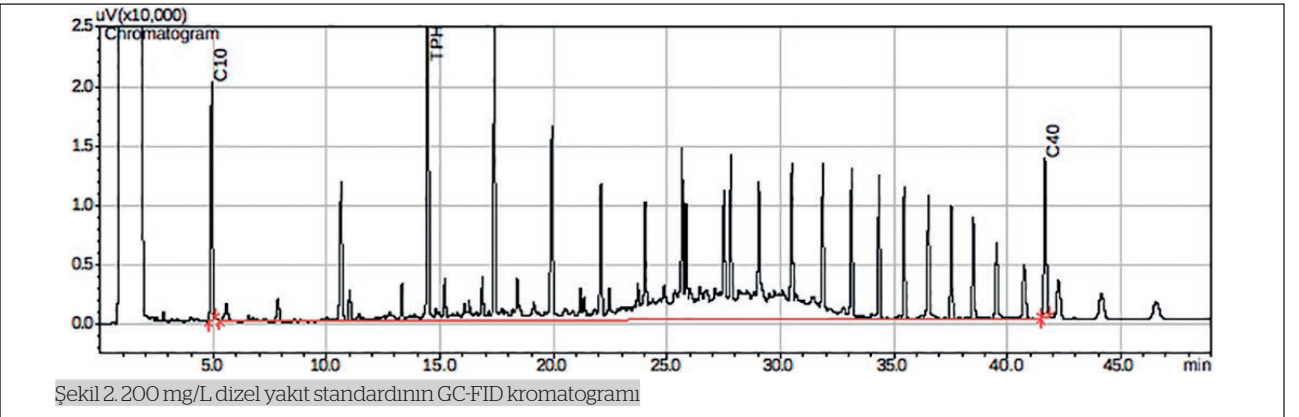
Değerlendirme C10-C40 hidrokarbonları arasında yer alan bileşenlerin toplam alanları üzerinden yapılmaktadır. Elde edilen sonuç mg/L cinsinden verilmekte ve hidrokarbon yağ indeksi olarak ifade edilmektedir.

C10 ve C40 standartları referans standart olarak kullanılmaktadır.

Sonuçlar:



Şekil 1. Shimadzu GC-2010Plus Model Gaz Kromatografi Cihazı

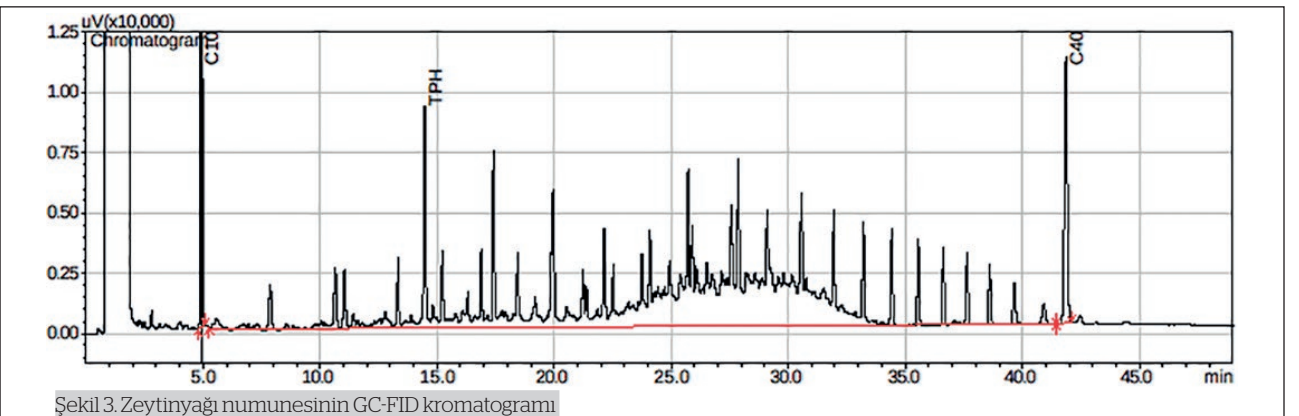


Şekil 2. 200 mg/L, dizel yakıt standardının GC-FID kromatogramı

istenmeyen maddelerin uzaklaştırılması için Florisil ve sodyum sülfattan oluşan kolondan geçirilir. Ekstraksiyon işlemi sırasında örneğe C10-C40 hidrokarbonlarından oluşan iç standart eklenmelidir. Kolon çıkışında toplanan örnek; N₂ altında uçurma işlemi uygulanarak zenginleştirilir. Ekstraksiyon, clean-up ve zenginleştirme işlemleri sonucu örnek analize hazır hale gelmiştir.

Referanslar

1. Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı "Zeytinyağı ve Pirina Yağı Tebliği", "Bitki Adı ile Anılan Yağlar Tebliği" ve "Gıda ile Temas Eden Madde ve Malzemeler Yönetmeliği"
2. ISO-9377-2 Referans Metodu
3. Ant Teknik - Shimadzu GC Uygulama Notu G004



Şekil 3. Zeytinyağı numunesinin GC-FID kromatogramı