

Πηνελόπη-Παναγιώτα  
Γιαννακοπούλου,  
φοιτήτρια του τμήματος  
Χημείας, ΕΚΠΑ

# Παρουσίαση Πρακτικής Άσκησης

# Ο ΦΟΡΕΑΣ

Χρονική περίοδος: 01/05/2024 – 31/07/2024

Υπηρεσία Χημικής Μετρολογίας, Γενικό Χημείο του Κράτους, ΑΑΔΕ

Η Χημική Υπηρεσία Μετρολογίας είναι η νεότερη υπηρεσία του ΓΧΚ.

Αποτελείται από δύο τμήματα: Α΄ Τμήμα: Εργαστήριο Χημικής Μετρολογίας και Β΄ Τμήμα: Εργαστηριακών Συγκρίσεων, τα οποία συγχωνεύθηκαν σε μια νέα Υπηρεσία ως αυτοτελές Τμήμα.

Στις κύριες αρμοδιότητές του συγκαταλέγονται η διάδοση της μετρολογικής γνώσης και επιστήμης, η υλοποίηση των σχετικών διαδικασιών για τη διασφάλιση της ιχνηλασιμότητας στη χημική ανάλυση, η παραγωγή και η διανομή υλικών αναφοράς, η εκπαίδευση, η ανάπτυξη ικανοτήτων μέτρησης και βαθμονόμησης, όπως προκύπτει από τις απαιτήσεις της Συνθήκης Αμοιβαίας Αναγνώρισης (MRA - Mutual Recognition Arrangement) της Διεθνούς Επιτροπής Μέτρων και Σταθμών (CIPM - Comité International des Poids et Mesures) και της EURAMET (European Association of National Metrology Institutes) σε συνεργασία με το Ελληνικό Ινστιτούτο Μετρολογίας (EIM).

# ΚΥΡΙΕΣ ΑΡΜΟΔΙΟΤΗΤΕΣ ΥΠΗΡΕΣΙΑΣ ΧΗΜΙΚΗΣ ΜΕΤΡΟΛΟΓΙΑΣ Γ.Χ.Κ.

## ◊ **Ανάπτυξη, διοργάνωση & διεξαγωγή διεργαστηριακών συγκρίσεων:**

- Από τα τέλη του 2009, έχει ήδη προβεί στη διοργάνωση και στην αξιολόγηση πλέον των εξήντα ανάλογων σχημάτων που είναι διαθέσιμα υπό το λογότυπο SCHEMA (Scheme for CHEmical Measurement Assessment).
- Διαπιστευμένη ως πάροχος διεργαστηριακών σχημάτων ελέγχου ικανότητας σύμφωνα με το πρότυπο ISO/IEC 17043: 2010 από το Ε.ΣΥ.Δ. από το 2012.

## ◊ **Σύστημα διαχείρισης ποιότητας:**

- Διαπιστευμένος φορέας σύμφωνα με τα πρότυπα:
  - ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17025:2017 (γενικές απαιτήσεις για την ικανότητα των εργαστηρίων δοκιμών και διακριβώσεων)
  - ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17043:2011 (conformity assessment – general requirements for proficiency testing)
  - ISO 17034:2016 (general requirements for the competence of reference material producers)

Από το 2013 είναι διαπιστευμένος για την εκτέλεση δοκιμών και διακριβώσεων σύμφωνα με το πρότυπο ΕΛΟΤ EN ISO/IEC 17025:201

# ΟΙ ΚΥΡΙΕΣ ΔΡΑΣΤΗΡΙΟΤΗΤΕΣ ΜΟΥ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΠΡΑΚΤΙΚΗ ΜΟΥ ΑΣΚΗΣΗ

Συμμετοχή σε:

- ◊ διεξαγωγή διεργαστηριακών σχημάτων
- ◊ προετοιμασία και ανάλυση δειγμάτων τροφίμων για τον προσδιορισμό ουσιών (επιμολυντών, καταλοίπων, ουσιών επικίνδυνων για την ανθρώπινη υγεία κλπ)
- ◊ διακριβώσεις ζυγών

# ΔΙΕΞΑΓΩΓΗ ΔΙΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΣΧΗΜΑΤΩΝ

- ◊ Προετοιμασία δειγμάτων προς αποστολή για διεργαστηριακό έλεγχο
- ◊ Αξιολόγηση των συμμετεχόντων εργαστηρίων:
  - οργάνωση και επεξεργασία των απαντήσεων τους σε ερωτηματολόγια σχετικά με τη διεξαγωγή των μεθόδων που εφάρμοσαν
  - επεξεργασία των αποτελεσμάτων των μετρήσεών τους για τον προσδιορισμό της επίδοσής τους

# ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΟΥΣΙΩΝ ΣΕ ΔΕΙΓΜΑΤΑ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

- Προσδιορισμός ακρυλαμιδίου σε καφέ και πατατάκια, μέθοδος 27LC07ACRYLAMIDE\_B
  - Προσδιορισμός μη στεροειδών αντιφλεγμονόδων φαρμάκων σε γάλα, μέθοδος 27 LC 09 NSAIDS
  - Προσδιορισμός μη στεροειδών αντιφλεγμονόδων φαρμάκων σε κρέας, μέθοδος 27 LC 06 NSAIDS
- με την τεχνική LC-MS/MS (υγρή χρωματογραφία με διαδοχική φασματομετρία μαζών)

(Υπεύθυνος έκδοσης μεθόδων: Γ.Χ.Κ , Χ.Υ.ΜΕΤΡΟΛΟΓΙΑΣ,  
Υπεύθυνος Ποιότητας)

# ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΑΚΡΥΛΑΜΙΔΙΟΥ ΣΕ ΚΑΦΕ ΚΑΙ ΠΑΤΑΤΑΚΙΑ

- Εμβολιασμός δείγματος με ποσότητα επισημασμένου εσωτερικού προτύπου (ακρυλαμίδιο-d3)
- Εκχύλιση με σύστημα νερού/ακετονιτριλίου/επτανίου σε λουτρό υπερήχων.
- Χρήση διαλυμάτων Carrez και τεχνικών QuEChERS, συμπύκνωση και ανασύσταση με υπερκάθαρο νερό.
- Ο διαχωρισμός του ακρυλαμιδίου επιτυγχάνεται σε διάταξη υγρής χρωματογραφίας υψηλής απόδοσης και η ανίχνευσή του γίνεται με διαδοχική φασματομετρία μαζών σε λειτουργία παρακολούθησης πολλαπλών αντιδράσεων. Το ακρυλαμίδιο ταυτοποιείται με βάση το χρόνο κατακράτησής του και τη συγκεκριμένη μετάπτωση του ψευδομοριακού ιόντος του, ενώ ποσοτικοποιείται σε σχέση με το εσωτερικό πρότυπο μέσω καμπύλης βαθμονόμησης.

# ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ NSAIDS ΣΕ ΚΡΕΑΣ & ΓΑΛΑ

- Εμβολιασμός δείγματος με διάλυμα επισημασμένων NSAIDs.
- Εκχύλιση με ακετονιτρίλιο και φυγοκέντρηση.
- Διήθηση του υπερκείμενου υγρού.
- Ο διαχωρισμός των NSAIDs επιτυγχάνεται σε διάταξη υγρής χρωματογραφίας υψηλής απόδοσης και η ανίχνευσή τους πραγματοποιείται με διαδοχική φασματομετρία μαζών σε λειτουργία παρακολούθησης πολλαπλών αντιδράσεων (MRM).
- Τα NSAIDs ταυτοποιούνται με βάση τον σχετικό χρόνο κατακράτησής (λόγος χρόνου κατακράτησης ουσίας/εσωτερικού προτύπου) τους, τη συγκεκριμένη μετάπτωση των ψευδομοριακών ιόντων τους και το λόγο των σημάτων του ιόντος ποσοτικοποίησης ως προς το ιόν ταυτοποίησης (σε περίπτωση δειγμάτων που υπερβαίνουν το CCa, ελέγχεται υποχρεωτικά ο λόγος ιόντων), ενώ ποσοτικοποιούνται με την τεχνική του εσωτερικού προτύπου με κατάλληλες καμπύλες αναφοράς.



Δείγματα κρέατος, ζυγισμένα σε falcons



Απαγωγός με ομογενοποιητή και αντιδραστήρια

## Φιαλίδια για LC-MS/MS

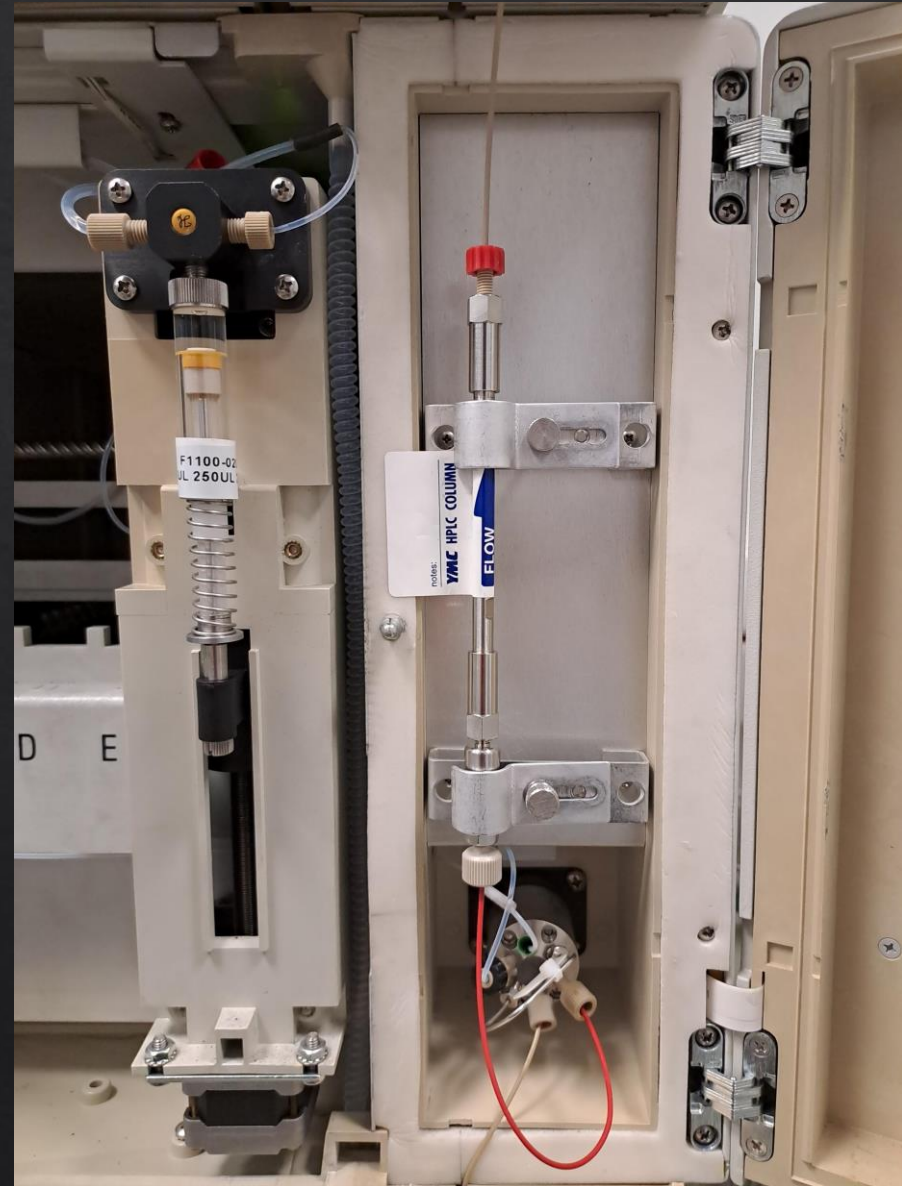


QC,  
πρότυπα για βαθμονόμηση,  
δείγματα για προσδιορισμό NSAIDS

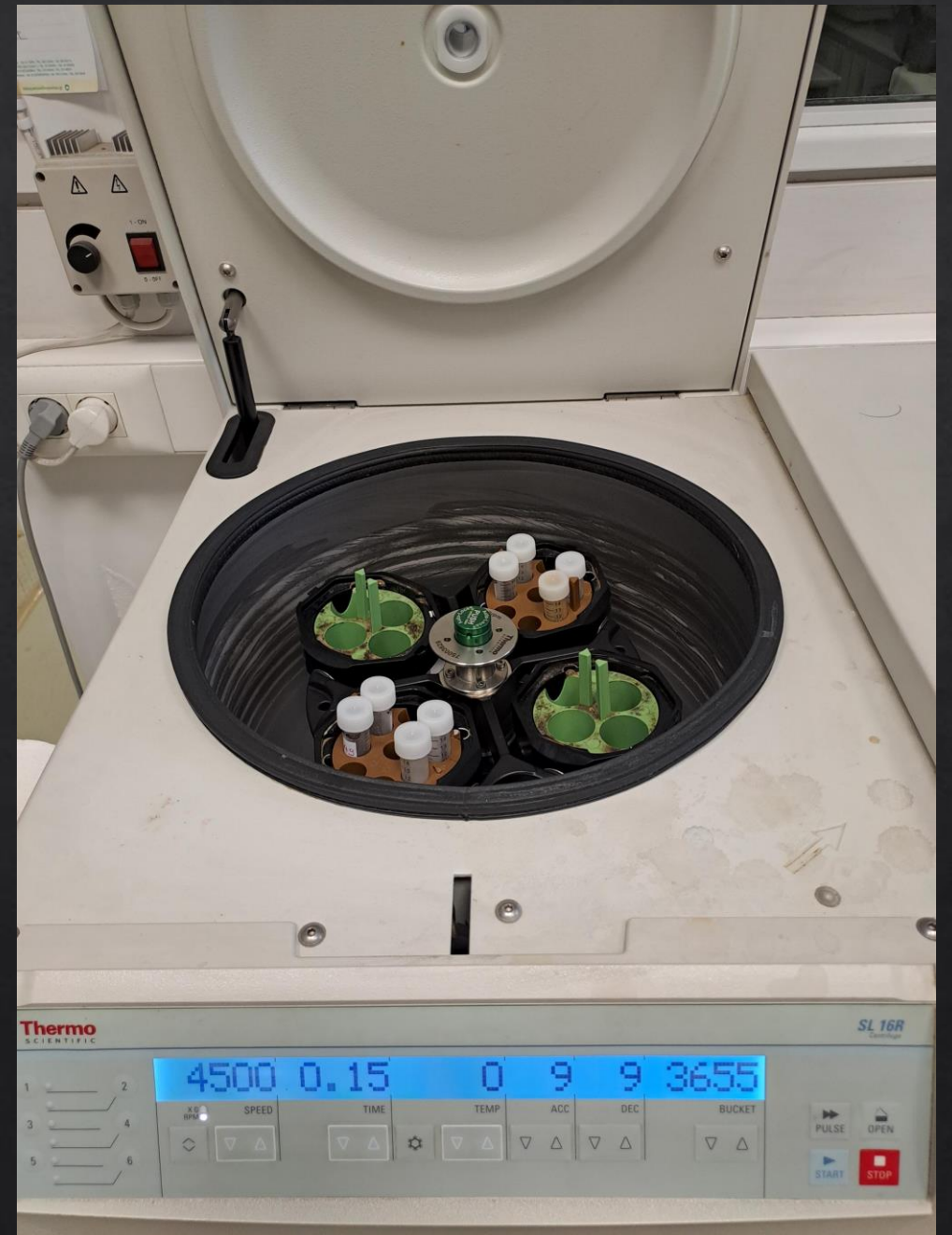
# LC-MS/MS



# LC-MS/MS



# Φυγόκεντρος



Ευχαριστώ για την προσοχή σας

