

Esp. 5: DETERMINAZIONE DEI FAME NELL'OLIO ALIMENTARE MEDIANTE TECNICA GC-MS

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Determinazione degli acidi grassi nell'olio alimentare (dopo conversione ad esteri metilici - FAME - *fatty acid methyl esters*) tramite gascromatografia accoppiata a spettrometria di massa.

REAGENTI:

- Potassa metanolica 2N;
- Eptano per analisi in tracce;

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- bilancia analitica;
- vial di vetro da 2 ml con tappo a vite munito di setto in PTFE;
- pipette automatiche (1 ml, 10 μ l) e puntali;
- centrifuga;
- gascromatografo Agilent HP 6890 (implementato con un sistema di auto-campionamento Gestel MPS22-Twister), dotato di colonna cromatografica Agilent DB-5ms Ultra Inert cod. 122-5562 UI (30 m \times 0,25 mm di diametro interno) ricoperta di Phenyl Arylene [(5%-Phenyl)-methylpolysiloxane] la cui pellicola ha uno spessore di 0,25 μ m; gas *carrier*: elio;
- spettrometro di massa Agilent 5973i.

PROCEDIMENTO:

Si pesano all'interno di una vial 0,15 g di olio (bilancia analitica) da sciogliere con 1 ml di n-eptano, si agita per sciogliere il campione. Si aggiungono 0,45 ml di una soluzione metanolica di idrossido di potassio 2N. Si tappa la provetta e la si agita vigorosamente per 30 secondi, quindi si centrifuga per 1 minuto a 3000 rpm affinché la fase superiore diventi trasparente.

Si prelevano 20 μ l del surnatante di n-eptano che vengono sciolti in 1,5 ml di eptano già preparati nell'apposita vial da 2 ml per autocampionatore. La vial viene sigillata con l'apposita capsula, quindi viene agitata e poi posta nell'apposito piatto dell'autocampionatore.

Il gascromatografo viene impostato come segue: l'iniettore è impostato ad una temperatura di 300°C in modalità *splitless*. La rampa di temperatura per l'analisi è la seguente: 50°C mantenuti per 0.50 min, rampa da 50°C a 120°C alla velocità di 6°C/min, 120°C mantenuti per 0.50 min, rampa da 120°C a 220°C alla velocità di 8°C/min, 220°C mantenuti per 0.37 min, rampa da 220°C a 260°C alla velocità di 15°C/min, 260°C mantenuti per 2.00 min, per un totale di 30 min. L'intervallo di acquisizione dello spettrometro di massa è impostato tra 35 m/z e 350 m/z in Total Ion Current (TIC scan time = 0.35 s).

ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Acquisire il file .csv relativo al cromatogramma e, in particolare, tramite apposito software, determinare le aree dei picchi dei FAME, anche per confronto con lo standard di riferimento. Alla fine riportare in una tabella per ogni picco: tempo di ritenzione, identificazione, area relativa %.

Qualora dei picchi non fossero presenti nello standard FAME identificarli manualmente tramite la libreria di composti presente nel software.