

PROVA ALLO SPETTROFOTOMETRO UV – VIS

Presentazione e funzionamento dello spettrofotometro UV e Vis (perkin Elmer 550 SE Uv/vis

Eseguita l'analisi dimostrativa della rilevazione di uno spettro di assorbimento (KMnO₄) e di una analisi quantitativa dell'ammoniaca nell'acqua (in Abs, e conc)

DETERMINAZIONE SPETTROFOTOMETRICA DEGLI OLI D'OLIVA

e' un validissimo metodo di analisi che permette di stabilire con certezza l'appartenenza dell'olio ad uno dei gruppi merceologici ufficiali; inoltre offre un efficace mezzo per svelare le sofisticazioni come ad esempio l'addizione all'olio vergine di oli raffinati, miscelati o di semi.

PRINCIPIO E METODO

Si fonda sull'assorbimento caratteristico che i sistemi dienici e trienici manifestano nell'UV. Mentre il doppio legame isolato e sistemi di doppi legami non coniugati non presentano massimi di assorbimento caratteristici nella zona compresa tra 210 e 300 nm, i sistemi coniugati mostrano il seguente comportamento:

–C=C–C=C– sistema dienico con picco a 232 nm

–C=C–C=C–C=C– sistema trienico con picco a 268 nm

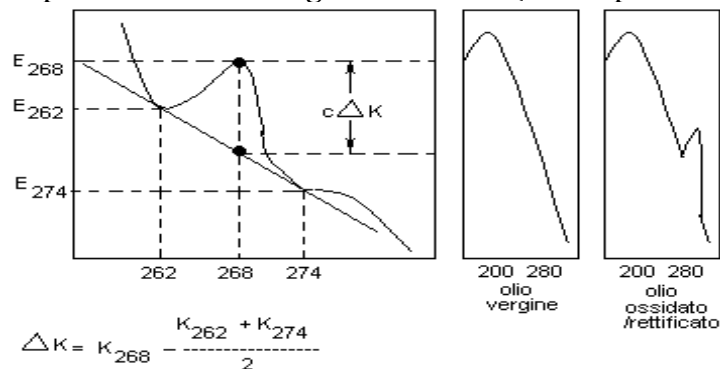
Negli oli di oliva vergini e in buono stato di conservazione sono presenti solo doppi legami isolati o sistemi di due o tre doppi legami isolati non coniugati e pertanto non si potranno osservare i caratteristici massimi di assorbimento alle sopra citate λ . Negli oli lampanti o in quelli rettificati i processi ossidativi e i trattamenti chimici subiti producono uno spostamento dei doppi legami con formazione dei corrispondenti sistemi coniugati cui è dovuto l'assorbimento a 232 e 268 (tale assorbimento è causato sia da dieni e trieni che da prodotti di ossidazione

OPERATIVITA'

Per la determinazione si procede facendo letture di estinzione a 232, 262, 268, 274 nm. Si calcolano i coefficienti di estinzione indicati con K , secondo la formula $K = E/cb$ (dalla legge di Lamber Beer) dove E è l'estinzione , c = concentrazione, b = spessore della cella dunque $E = a.c.b$

K_{232} e K_{268} sono caratteristici per i vari oli ed in genere sono tanto più alti quanto pregiato è l'olio

E' possibile il calcolo grafico del ΔK (tanto più il valore di ΔK è > tanto più l'olio è trattato)



PROVA ALL'ASSORBIMENTO ATOMICO

Presentazione e funzionamento dell'assorbimento atomico (Perkin Elmer 2380) per l'uso in emissione di fiamma
Eseguita l'analisi dimostrativa della ricerca quantitativa di Na+ e K+ in un campione di acqua

Preparazione STANDARD Na+ = 5mg/L (vedi cook book) alla voce Na

Si pesano 0,2542 g di NaCl e si porta a litro (soluzione di 100mg/LNa+)

Si prelevano 5 cc della soluzione a 100mg/l 2 si porta a 100 cc (prima di portare a volume si aggiungano 10 cc di soluzione 1% di KCl (che si prepara da PAK : PAKCl=1:X)

Si prepara inoltre

1. Bianco di riferimento .^{100cc} 10 cc di KCl 1% e portati a 100cc in acqua
2. Soluzione standard 5mg/L .^{100cc} 10 cc di KCl 1% + 5 cc di soluzione 100mg/L e portati a 100cc
3. Soluzione campione .^{100cc} 10 cc di KCl 1% + 50 cc di soluzione campione e portati a 100cc

Preparazione STANDARD K+ = 5mg/L

Si pesano 0,1907 g di KCl e si porta a 1 L (soluzione 100 mg/L K+)

Si prelevano 10 cc di soluzione a 100 mg/l e si porta a 100 cc(prima di portare a volume si aggiungano 10 cc di soluzione 1% di LaCl3)

Si prepara inoltre

1. Bianco di riferimento .^{100cc} 10 cc di LaCl3 1% e portati a 100cc in acqua
2. Soluzione standard 5mg/L .^{100cc} 10 cc di LaCl3 1% + 10 cc di soluzione 100mg/L e portati a 100cc
3. Soluzione campione .^{100cc} 10 cc di LaCl3 1% + 50 cc di soluzione campione e portati a 100cc

MODO DI PROCEDERE:

- 1) PREPARARE GLI STANDARD DI Na e K secondo i diversi intervalli di linearità (5ppm per Na+ e 10 ppm per K+) come sopra indicato
- 2) Accendere lo strumento (dopo aver eventualmente disinserito le lampade)
- 3) Portare la manopola SIGNAL in EM (emissione), regolare la ampiezza di fenditura con SLIT al valore desiderato
- 4) Selezionare la lunghezza d'onda richiesta (589nm per Na+) (766,5 nm per K+)in maniera approssimativa con COARS ADJUST
- 5) Accendere la fiamma rispettando le seguenti indicazioni :
 - Aprire l'aria spostando la manopola su ATR mantenendo bassa la pressione
 - Aprire l'acetilene sollevando in alto la manopola FUEL mantenendo una pressione di circa 20
 - Schiacciare il pulsante IGNITE prima che la fiamma si accenda (inizialmente la fiamma sarà bianca)
 - Si regola la pressione dell'aria sino a che la fiamma diventi azzurra e stabile con pressioni che alla fine saranno per acetilene di 20 e per l'aria di 40

INIZIA LA PROVA

1. Si aspira il bianco di riferimento e si porta a 0 schiacciando il tasto AZ
2. Si aspira lo standard , si ottimizza la lunghezza d'onda con FINE ADGIUST per avere un valore massimo al display (massima energia) LAMP ENERGY aggiustando eventualmente con GAIR per avere un valore in scala (alla fine portare a circa 75 LAMPENERGY con GAIN)
3. aspirare di nuovo il bianco e rifare l'autozero con AZ
4. aspirare lo standard (5 ppm Na) (10 ppm K), fissare con la tastiera numerica il valore e schiacciare 2 volte il tasto S1 (standard 1)
5. selezionare i tempi di lettura (t= 0,5 AVE 5) e i modi di lettura CONT. o HOLD
6. aspirare il campione e leggere il valore sul display delle assorbanze
7. Se il valore va oltre il limite della linearità dello standard (> 5ppm Na) o (>10 ppm K) si procede ad una diluizione del campione

PROVA AL GASCROMATOGRFO:

- 1) Separazione e analisi di una soluzione standard a 1% di metanolo e 10% di etanolo con gascromatografo e rilevazione al computer (programma cromatografic 2 perkin Elmer)
- 2) Separazione e ricerca del metanolo in un campione di vino e rilevazione del grado alcolico.

OPERATIVITA' : 1) preparazione dello standard; 2)definizione dati di esercizio; 3)dati di iniezione e di range .

STANDARD: 0,1 ml di metanolo puro + 10 ml di etanolo assoluto; si porta a 100 cc con H₂O distillata in matraccio da 100cc.

DATI DI ESERCIZIO:

colonna (carbovax 400 di glicol polietilenico $T^\circ = 100^\circ$ circa
flusso azoto circa 60cc/min
temperatura iniziale e finale : circa 60°
temperatura iniettor : 119°C
temperatura detector: 110°C
iniezione: 0,1ml
range: da 1×10 a 1×4
unità di misura : " vol/vol

DATI DI INIEZIONE E RANGE:

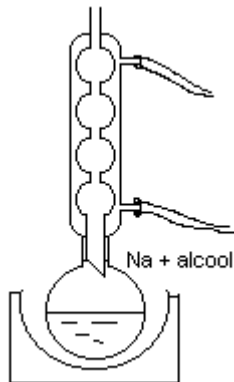
I dati di INIEZIONE e di RANGE possono essere (modificati se si diminuisce la quantità iniettata si deve diminuire il valore del RANGE e cioè aumentare la sensibilità di rilevazione)

Il valore di RANGE è stato scelto come il minimo possibile (massima sensibilità) per il quale l'interfaccia non segnali i led di UNDER RANGE o OVER RANGE; per questo quando la regolazione fine non può essere fatta con la manopola RANGE si opera con la manopola BACKOFF (regolazione della linea di base)

ANALISI GASCROMATOGRAFICA DEGLI ACIDI GRASSI IN UN OLIO

METODO : ESTERIFICAZIONE DEGLI ACIDI GRASSI CON METILATO DI SODIO (METILAZIONE)

Preparazione del metilato di sodio : si introducono 0,5 g di Na metallico (privato della patina di ossido) in 100 cc di



metanolo anidro posto in un pallone da 250 e si scalda a riflusso per 10 minuti

Metilazione

Si pesano in una provetta (con tappo a smeriglio o a vite) circa 2 g di olio e si aggiungono a 0,5 ml di metilato di sodio (ottenuto come sopra)

Si pone per due ore in bagno termostatico a 85° – 90° dopo aver adeguatamente agitato (si deve isolare al meglio la provetta con parafilm o nastro adesivo per evitare la penetrazione di umidità – se la metilazione è avvenuta bene la soluzione sarà limpida)

DATI DI ESERCIZIO DEL GAS CROMATOGRAFO

Colonna LAC 860) polartia +++ / t=50/230)

Temp. Colonna

200°

temp. Iniettor 260°

temp. Detector 250°

flusso Na 80cc/min

temp. Di uscita 30-40 min

iniezione 0,1 ml

range da 40 a 1×10^{-2}