

Determinazione quantitativa della trienantina nei burri anidri e nelle creme per gascromatografia mediante l'uso di un opportuno software di integrazione

G. NOTA, D. NAVIGLIO,
R. ROMANO, D. LUONGO

DIPARTIMENTO DI SCIENZA DEGLI ALIMENTI - UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI "FEDERICO II" - NAPOLI

M. DI MATTEO

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA CHIMICA ED ALIMENTARE
UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI SALERNO

C. IMPRONTA

DIPARTIMENTO DI CHIMICA - UNIVERSITÀ DEGLI STUDI
"FEDERICO II" - NAPOLI

INTRODUZIONE

La Comunità Economica Europea, per sostenere la produzione industriale, vende consistenti partite di burro anidro e di creme di latte a prezzo agevolato imponendo, però, alle Ditte di denaturarle con particolari composti la cui natura e quantità d'uso sono regolamentate (1).

Poiché il nostro laboratorio è interessato alla messa a punto di procedure per la determinazione dei traccianti, già a suo tempo si prese in considerazione la possibilità di dosare la trienantina, che è il denaturante più adoperato, a mezzo gascromatografia dei trigliceridi esprimendo il risultato in % sfruttando direttamente il report dell'integratore.

L'idea era allettante in quanto, normalizzata la risposta dell'integratore, si sarebbe potuto condurre l'analisi in maniera semplice e rapida visto che essa risultava ben separata dai picchi degli altri trigliceridi (Fig. 1b). I risultati ottenuti dimostrarono, però, che la riproducibilità era scarsa e che l'errore era, mediamente, superiore al 15%. Migliori risultati furono ottenuti con una procedura che, prevedendo l'uso di uno standard interno (2), consentì di ridurre l'errore al 2%; la metodologia, però, prevedeva una maggiore complessità operativa.

Un attento studio dei gascromatogrammi portò a concludere che la causa dell'errore era dovuta al fatto che i comuni programmi di integrazione, di cui sono dotati gli integratori convenzionali, non sono in grado di valutare correttamente l'area dei picchi quando questi, a causa della complessità del campione, non ritornano sulla linea di base.

Risultati più accurati si sono ottenuti facendo uso di un opportuno software che consente la seguente procedura:

- a) registrare la linea di base iniettando il solo solvente puro;
- b) registrare il cromatogramma relativo al campione di grasso con lo stesso programma di temperatura;
- c) sovrapporre tale cromatogramma alla linea di base in modo che la parte iniziale e la finale delle due curve coincidano;
- d) determinare l'area compresa tra le due curve.

L'area così determinata risulta quella da attribuire corretta-

GASCHROMATOGRAPHIC EVALUATION OF TE IN FATS BY MEANS OF AN APPROPRIATE SOFTWARE

The percentage content of TE in the fats was evaluated by using an appropriate software. The areas relative to the TE and triglycerides were determined by superimposing the gaschromatogram of the sample to the base line obtained by injecting pure solvent in the same chromatographic conditions.

Il contenuto in % di trienantina nella materia grassa viene determinato facendo uso di un apposito software. Le aree corrette relative alla trienantina ed ai trigliceridi vengono determinate sovrapponendo il gascromatogramma del campione alla linea di base predeterminata, ottenuta iniettando il solvente puro nelle stesse condizioni cromatografiche.

mente alla massa di campione iniettato. Nella figura 1 vengono riportate le fasi relative alla procedura indicata.

STRUMENTAZIONE

- Gascromatografo DANI, mod. 86.10-HT, dotato di PTV e di FID;
- programma fornito dalla Software s.a.s. (Napoli);
- colonna capillare (Quadrex Co) in silice fusa: fase legata: metilfenilsilicone 65%; l=25 m; i.d.=0,25 mm; f.t.=0,1 μ m.

CONDIZIONI OPERATIVE

- Flusso del gas vettore (He): 2 ml/min;
- programma del PTV: 60°C per 10''; 60→400°C con dT/dt=500°C/min; 400°C per 7'; raffreddamento fino a 60°C;
- T della colonna: 250°C per 2'; 250→360°C con dT/dt=5°C/min; 360°C per 10'.

Registrazione della linea di base

- Condizionare termicamente il gascromatografo effettuando un paio di corse a vuoto con il programma di temperatura previsto;
- registrare il cromatogramma della linea di base iniettando 1 μ l di etere etilico.

Procedura per l'ottenimento del fattore di normalizzazione

- Pesare esattamente una quantità di burro anidro prossima a 10 g;
- aggiungere una quantità di trienantina, esattamente pesata, prossima a 110 mg;
- fondere e mescolare accuratamente;
- sciogliere in 10 ml di etere etilico circa 500 mg della miscela;
- iniettare nel gascromatografo 1 μ l della soluzione;

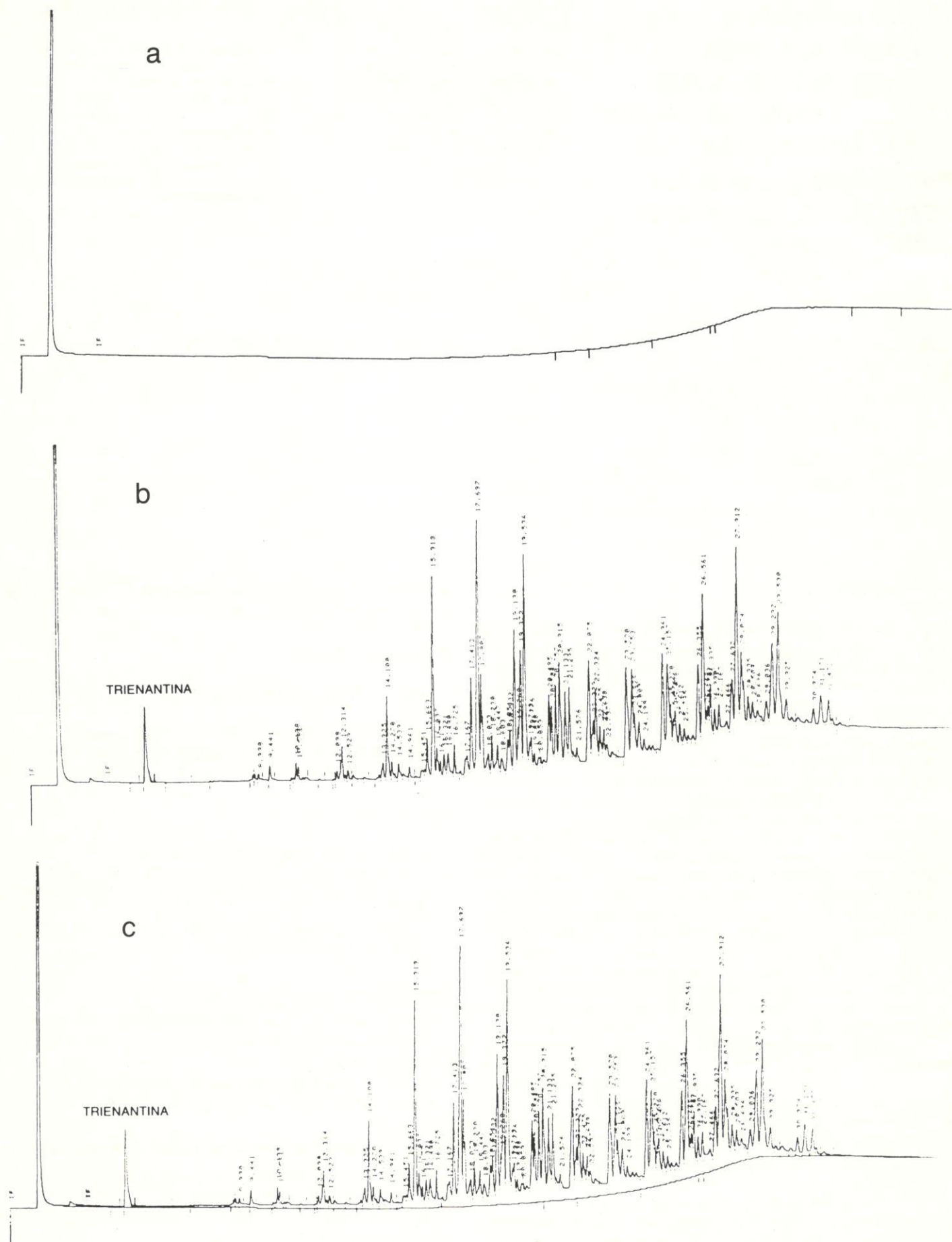


Fig. 1 - Sovrapposizione dei cromatogrammi relativi al solvente puro ed ad un grasso tracciato con trienantina

a) Gascromatogramma del solvente puro; b) gascromatogramma dei trigliceridi totali relativi ad un campione di burro addizionato di TE; c) sovrapposizione di (a) e (b). Le condizioni operative sono riportate nel testo.

- sovrapporre il cromatogramma alla linea di base già tracciata avendo cura che i punti di partenza ed i tratti iniziali e finali coincidano;
- leggere il valore percentuale della trienantina dal report dell'integratore;
- calcolare il fattore di normalizzazione F mediante la formula:

$$F = P_r / P_i$$

in cui P_r rappresenta il reale % in peso della trienantina e P_i quello fornito dall'integratore.

Procedura relativa all'analisi di crema di latte

- In un tubo da centrifuga con tappo a vite pesare 1,5 g di campione accuratamente omogeneizzato;
- Aggiungere 10 ml di etere etilico, agitare per circa 1 minuto e lasciare separare le fasi ricorrendo alla centrifugazione nel caso la fase eterea risultasse torbida;
- iniettare nel gascromatografo 1 μ l della fase eterea;
- sovrapporre il cromatogramma alla linea di base già registrata con le modalità prima indicate;
- moltiplicare il % fornito dall'integratore per il fattore F.

Procedura relativa all'analisi di burri anidri

- Sciogliere in 10 ml di etere etilico, 500 mg di campione;
- procedere, poi, come previsto per le creme di latte a partire dal punto 3.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Come si può osservare dall'esame della figura 1c, in cui viene riportato il cromatogramma risultante dalla sovrapposizione di 10 cromatogrammi relativi alla sola iniezione di solvente, le singole linee di base possono essere considerate perfettamente sovrapponibili. Infatti l'area tra l'inizio e la fine di due qualunque di queste curve e quella compresa tra le stesse coppie nell'intervallo di uscita della trienantina sono trascurabili rispetto all'area complessiva dei trigliceridi ed a quella della trienantina, rispettivamente.

In tabella I vengono riportati i valori dei fattori di normalizzazione di risposta del rivelatore riferiti a campioni di burro addizionati di trienantina in percentuali in peso comprese tra 0,5 e 2% e, come si può osservare, lo scarto massimo rispetto alla media è appena del 2%.

Nella tabella II sono, infine, riportati i risultati relativi a campioni reali di creme di latte, tracciati con trienantina, analizzati con il presente metodo e con quello dello standard interno. I risultati ottenuti con le due tecniche ci sembrano di ottimo accordo.

TABELLA I - Fattori di normalizzazione di risposta relativi a grassi a concentrazioni note in trienantina

Campione n°	Concentrazione di trienantina %	F	A	B
1	0,52	0,978	1,8	0,4
2	1,10	0,962	1,6	1,2
3	2,02	0,983	1,7	0,9
media 0,974				

F = media di 5 determinazioni; A = scarto massimo, in %, delle singole misure rispetto alla media delle 5 determinazioni; B = scarto, in %, dei singoli valori di F rispetto alla media.

TABELLA II - Confronto tra i risultati ottenuti con il metodo proposto e quello dello standard interno

Campione n°	Concentrazione di trienantina (metodo proposto) % (p/p)	Concentrazione di trienantina (metodo S.I.) % (p/p)	Scarto %
1	1,07	1,08	0,9
2	1,15	1,13	1,7
3	1,29	1,28	0,8
4	1,31	1,32	0,8
5	1,43	1,45	1,4

CONCLUSIONI

Il metodo proposto, non prevedendo pesate accurate del campione né soluzioni a titolo noto, risulta semplice e veloce e, quindi particolarmente utile quando si abbia da analizzare un gran numero di campioni; inoltre, le linee di base ed i fattori di normalizzazione, ottenuti con gascromatografi e colonne capillari di buona qualità e ben gestiti, presentano variazioni ininfluenti per periodi di tempo sufficientemente lunghi contribuendo ad accorciare significativamente il tempo di analisi.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Commission of the European Communities: Commission Regulation (EEC) n° 570/88 of 16.2.1988. Official Journal of the European Communities n° L 55, 1.3.1988, p. 31.
- 2) G. NOTA, D. NAVIGLIO, R. ROMANO, R. SACCHI, S. SPAGNA MUSSO, C. IMPROTA, Riv. Ital. Sostanze Grasse, 70, 605-608 (1993)