

Esp.5: ANALISI QUALITATIVA DI COMPOSTI ORGANICI VOLATILI (VOC) DI MIELI MEDIANTE TECNICA HS-SPME-GC-MS

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Determinazione qualitativa dei composti organici volatili (COV) presenti nel volatiloma di chicchi di caffè crudo mediante gascromatografia accoppiata a spettrometria di massa con tecnica di microestrazione in fase solida dello spazio di testa (*HS-Head Space-SPME-Solid Phase Micro Extraction*).

REAGENTI:

- NaCl;
- Acqua distillata;

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- bilancia analitica;
- vial di vetro da 20 ml capsula dotata di setto PTFE/silicone;
- fibra per SPME della Supelco (1 cm – 50/30 μ m DVB/CAR/PDMS);
- 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 0.5 g di miele, si aggiungono 8 mL di acqua distillata e 3 g di NaCl (per saturare la soluzione e produrre l'effetto "salting-out") e si chiude ermeticamente la vial con l'apposita capsula. La vial viene riposta nell'apposito piatto dell'auto-campionatore.

L'analisi prevede:

- l'incubazione del campione a 60°C per 2 min con agitazione a 250 rpm;
- l'esposizione della fibra nello spazio di testa per 40 min a 60°C con agitazione a 250 rpm;
- il desorbimento della fibra nell'iniettore del gascromatografo a 265°C per 240 s.

Nel momento in cui inizia il desorbimento della fibra nell'iniettore inizia la registrazione della corsa cromatografica e la rampa di temperatura del forno, come segue: 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 300 m/z in Total Ion Current (TIC scan time = 0.7 s).

Prima dell'analisi di un campione la fibra viene condizionata a 250°C per 900 secondi nell'iniettore del gascromatografo.

ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Acquisire il file .csv relativo al cromatogramma e, in particolare, tramite apposito software, determinare le aree dei picchi più evidenti (15-20 picchi). Tramite confronto con libreria NIST09 presente assieme al software identificare i composti relativi ai picchi individuati. Alla fine riportare in una tabella per ogni picco: tempo di ritenzione, identificazione, area, area relativa % su area totale picchi identificati.