

Corso di Chimica Analitica II con laboratorio

Laboratorio:

Prof. Matteo Crosera

Prof. Pierluigi Barbieri

Contatti: mcrosera@units.it;

Tel ufficio: 040 5583996

ESPERIENZE DI LABORATORIO CORSO CHIMICA ANALITICA II (A.A. 2019-2020)

PRIME ESPERIENZE:

Esp.1: Determinazione della caffeina nelle bevande mediante analisi in RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)

Esp.2: Determinazione dei polifenoli nel vino mediante spettrofotometria UV-vis

Esp.3: Mineralizzazione acida di campioni di terreni/sedimenti per l'analisi ICP-AES (Attacco forte e estrazione blanda)

ESPERIENZE DI LABORATORIO CORSO CHIMICA ANALITICA II (A.A. 2019-2020)

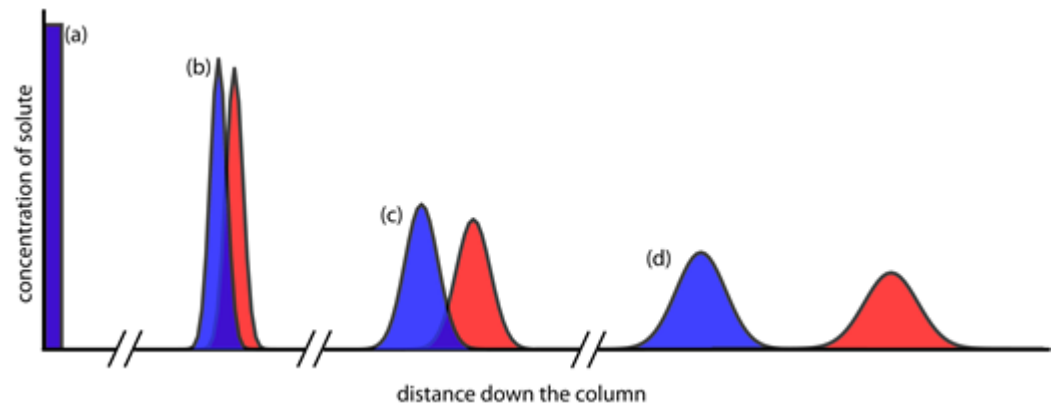
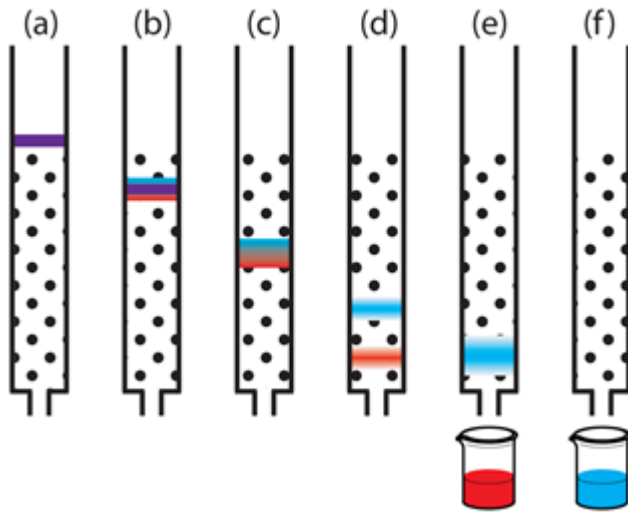
SECONDE ESPERIENZE:

Esp.4: Determinazione degli anioni principali in un'acqua minerale commerciale mediante cromatografia ionica (IC)

Esp.5: Analisi qualitativa del volatiloma del miele mediante tecnica HS-SPME-GC-MS

Esp.6: Determinazione dei metalli principali in un terreno mediante ICP-AES

Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)



LA SEPARAZIONE CROMATOGRAFICA

Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)

HPLC

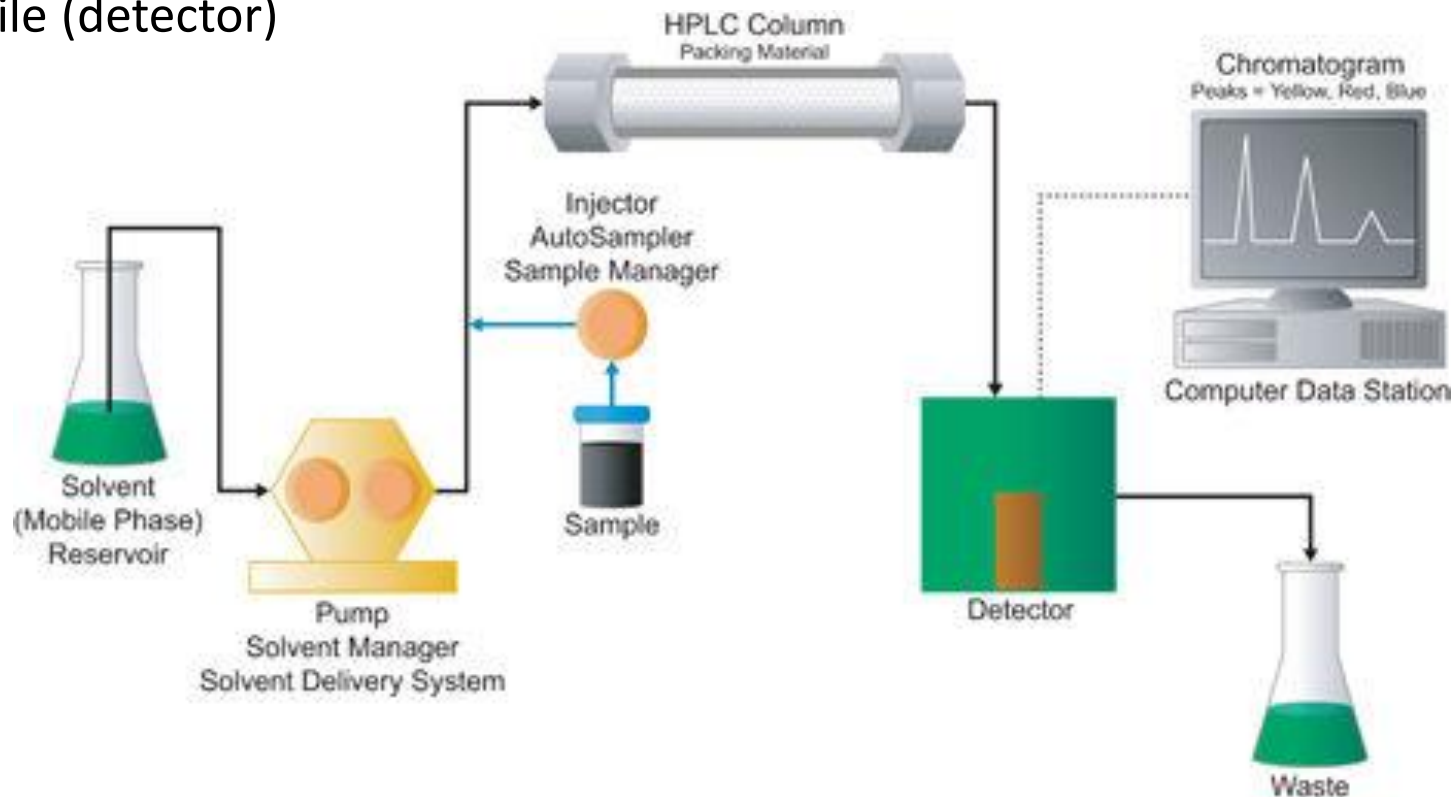
High Performance Liquid Chromatography
(Cromatografia liquida ad alta prestazione)

UV

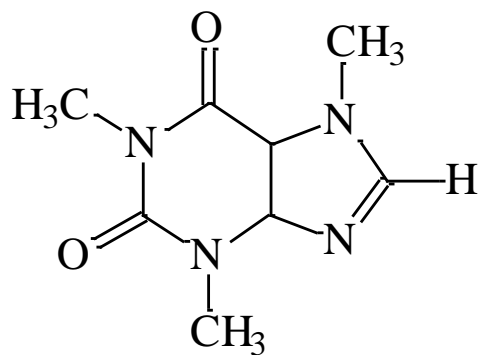
Ultravioletto-Visibile (detector)

RP

Reverse Phase
(Fase Inversa)

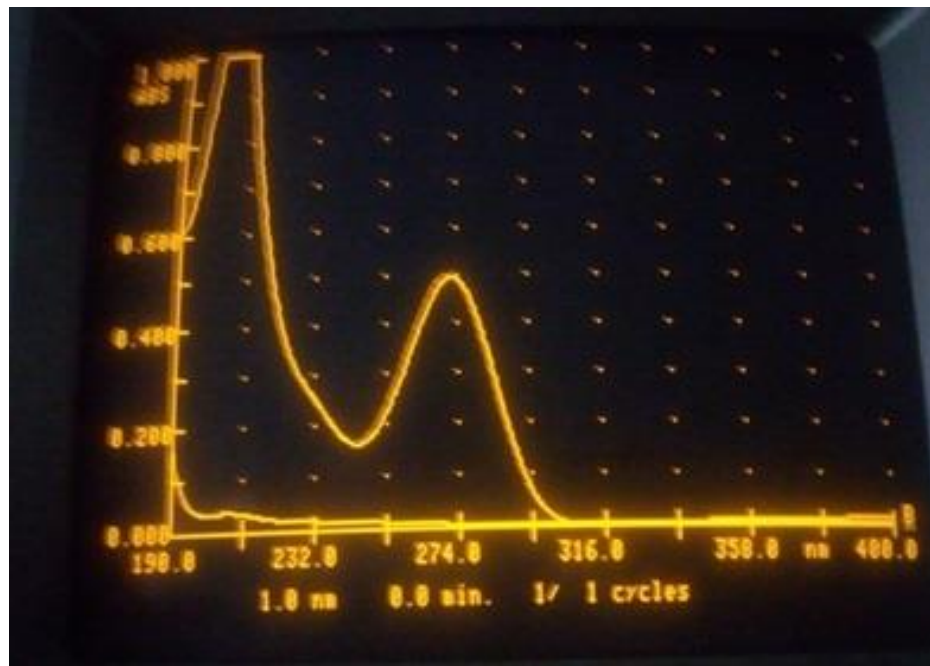


Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)



CAFFEINA

(molecola poco polare, idrosolubile)



(Spettro UV-Vis della caffeina da
190 nm a 400 nm)

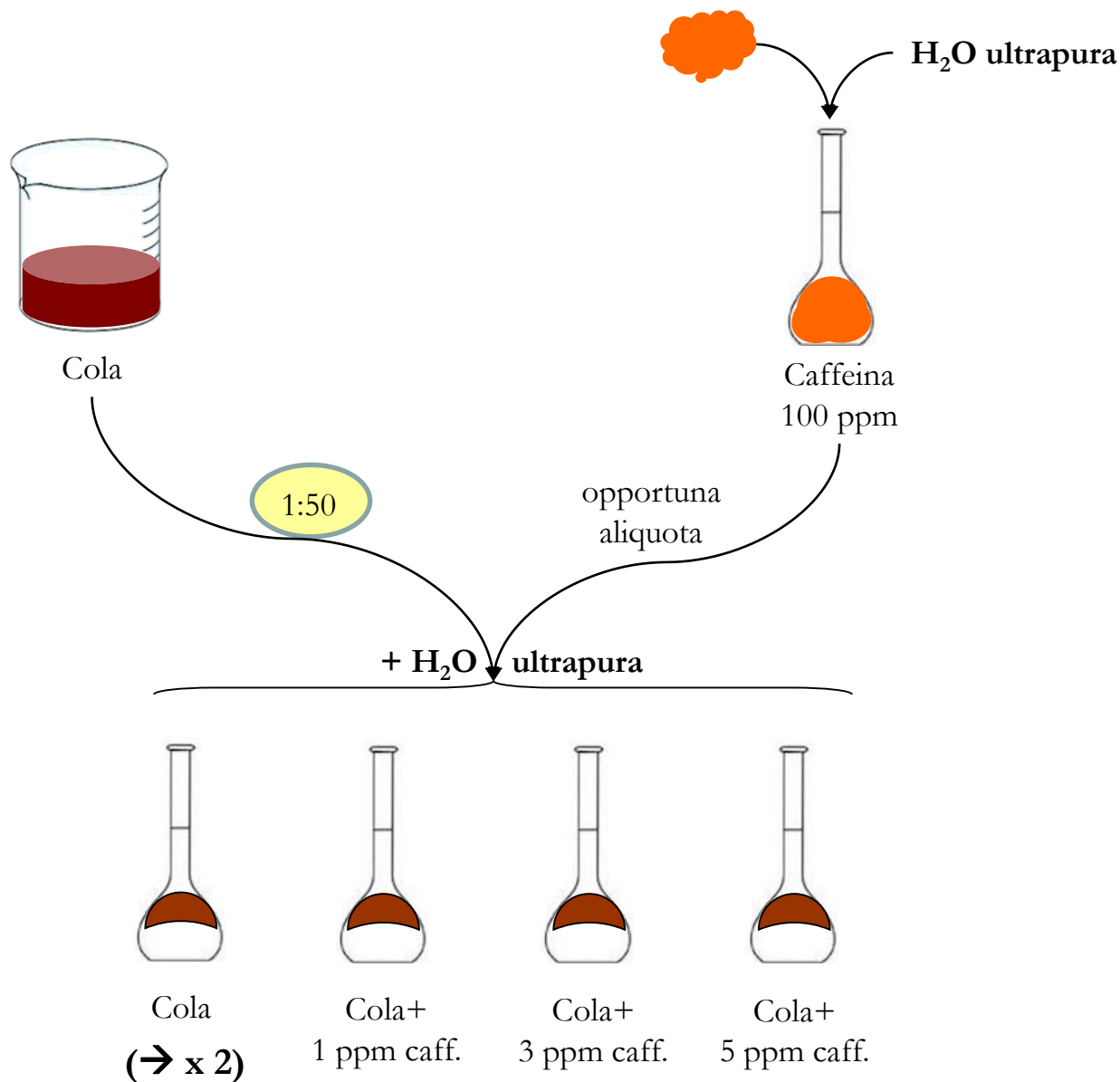
Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)

METODO DELLE AGGIUNTE MULTIPLE:

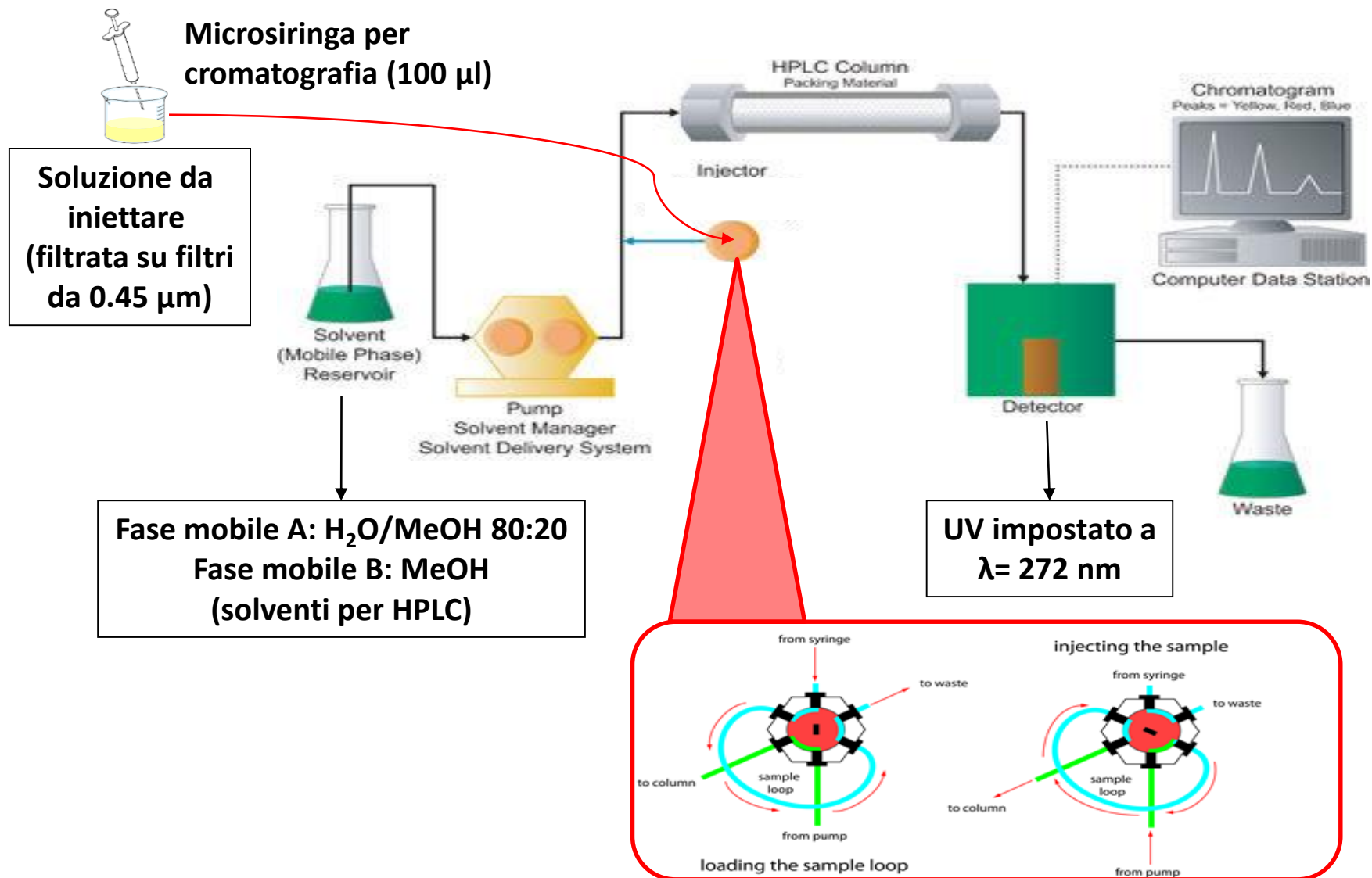
Ad un'aliquota nota di campione a concentrazione incognita (eventualmente diluito) si aggiungono volumi crescenti (quindi concentrazioni crescenti) di una soluzione standard (di caffeina) a concentrazione nota.

Questo metodo serve a minimizzare eventuali effetti della matrice.

Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)



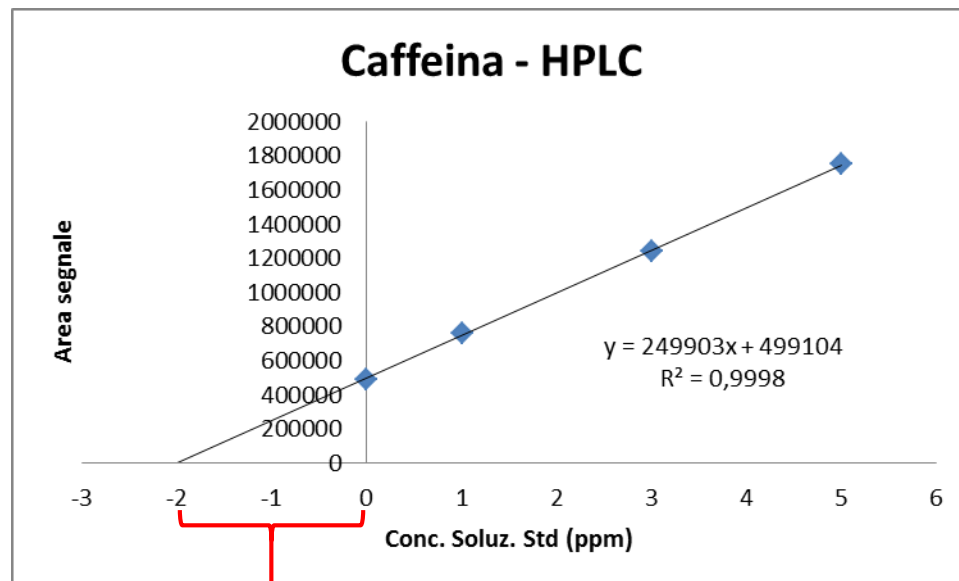
Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)



Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)

ESEMPIO:

soluz. Std	Area
coca	490715
coca + 1 ppm	764157
coca + 3 ppm	1239486
coca + 5 ppm	1751183



Concentrazione del campione INIETTATO in colonna



Per calcolare la concentrazione del campione all'origine bisogna tenere conto di una eventuale diluizione effettuata sul campione

Esp.1: DETERMINAZIONE DELLA CAFFEINA NELLE BEVANDE MEDIANTE ANALISI IN RP-HPLC-UV (metodo delle aggiunte multiple)

Metodica di riferimento: Metodo ISTISAN

96/34 ("Metodi di analisi utilizzati per il controllo chimico degli alimenti"), pag. 234-235, modificato ai fini didattici.

(www.iss.it/binary/publ2/cont/Rapporto%2096-34.1140450878.pdf)

ISTITUTO SUPERIORE DI SANITA'

Metodi di analisi utilizzati
per il controllo chimico
degli alimenti

Raccolta a cura di
Massimo Baldini, Fabio Fabietti, Stefania Giammaroli,
Roberta Onori, Leucio Orefice e Angelo Stacchini

Laboratorio Alimenti

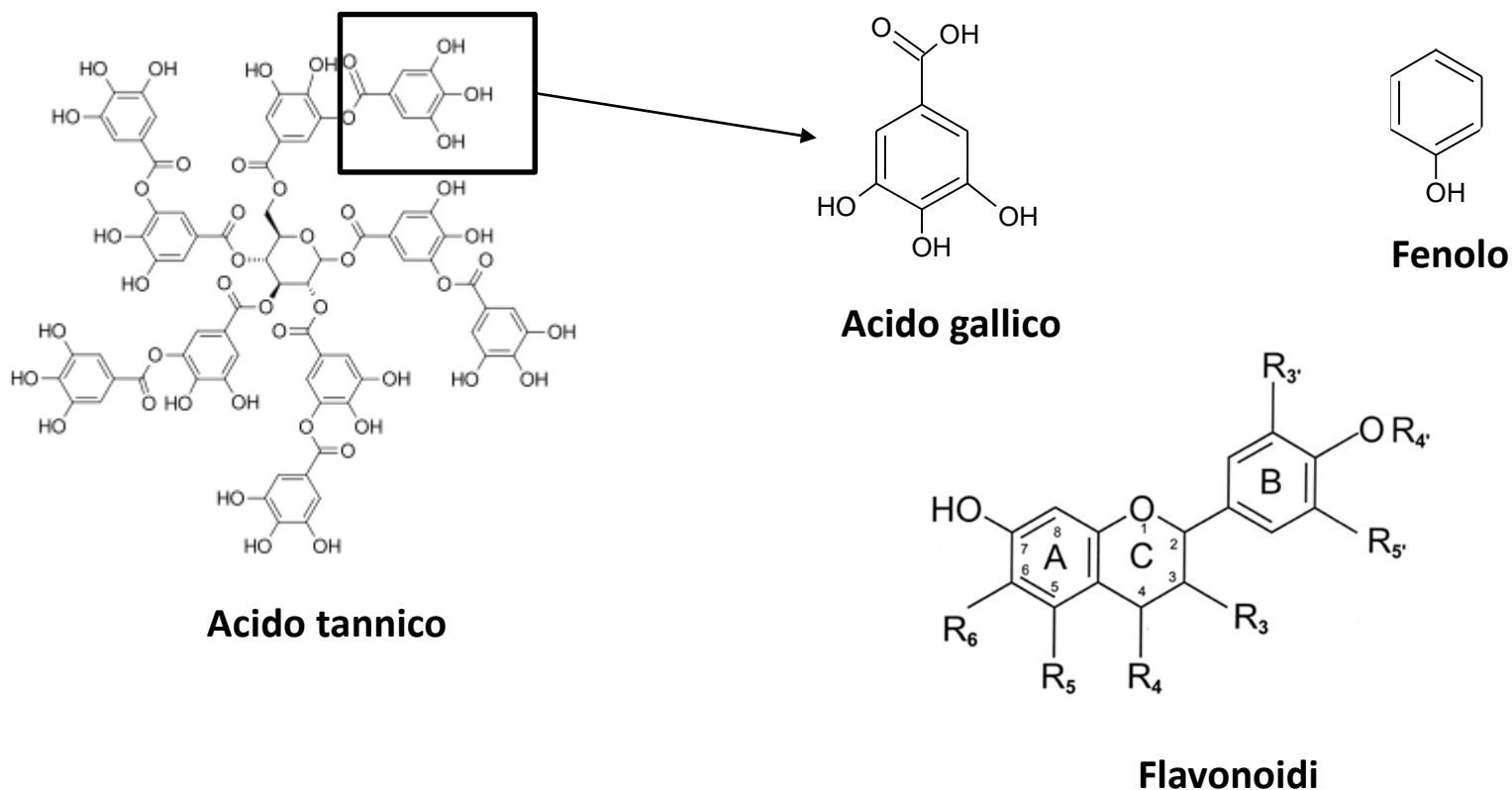
ISSN 1123-3117

Rapporti ISTISAN

96/34

Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

Polifenoli: fenoli semplici, tannini e flavonoidi



Per i polifenoli non sono previsti limiti di legge ma una loro misura può dare un'indicazione importante sulla qualità del prodotto. Si specifica che i vini bianchi hanno un contenuto di polifenoli tra 60 e 400 ppm mentre i vini rossi fra 800 e 3700 ppm.

Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

La procedura analitica sfrutta il **potere riducente** dei polifenoli in ambiente basico nei confronti del reattivo di **Folin-Ciocalteu** (miscela di fosfotungstenato e fosfomolibdato) generando **cromofori** in soluzione, facilmente individuabili mediante tecniche spettrofotometriche nel visibile a causa del massimo a **700 nm** (colore blu assunto dalla soluzione campione).

Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

In questa esperienza lo standard di riferimento utilizzato è l'**acido gallico**, quindi la concentrazione di polifenoli totali presenti nel vino verrà espressa come assimilata all'acido gallico.

Sarà necessario preparare le seguenti soluzioni:

- Soluzioni standard di acido gallico in H₂O/MeOH 4:1;
- Soluzione di Na₂CO₃ in H₂O;
- Reattivo di Folin-Ciocalteu diluito in H₂O.

Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

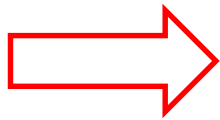
[14] Analysis of Total Phenols and Other Oxidation Substrates and Antioxidants by Means of Folin–Ciocalteu Reagent

By VERNON L. SINGLETON, RUDOLF ORTHOFER,
and ROSA M. LAMUELA-RAVENTÓS

Introduction

Phenols occurring in nature and the environment are of interest from many viewpoints (antioxidants, astringency, bitterness, browning reactions, color, oxidation substrates, protein constituents, etc.). In addition to simple benzene derivatives, the group includes hydroxycinnamates, tocopherols, and flavonoids in plants and foods from them, tyrosine and DOPA derivatives in animal products, and additives such as propyl gallate in foods. Estimation of these compounds as a group can be very informative, but obviously not simple to accomplish. Isolative methods such as high-performance liquid chromatography (HPLC) are difficult to apply to such a diverse group having, furthermore, many individual compounds within each subgroup. Interpretation of such results is even more difficult.

Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE



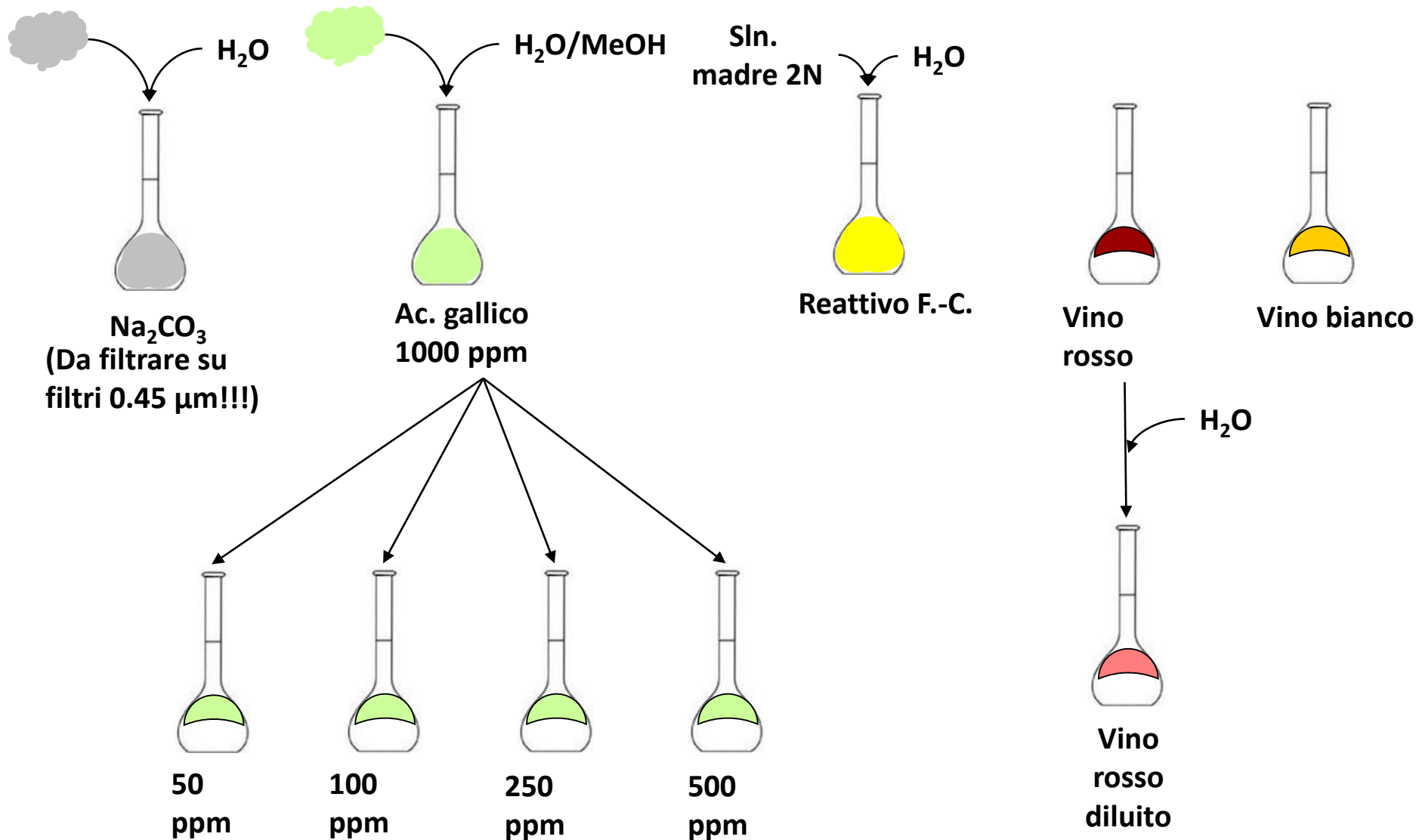
To prepare the FC reagent (FCR),^{5,9} dissolve 100 g of sodium tungstate ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) and 25 g sodium molybdate ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in about 700 ml of distilled water. Add 100 ml of concentrated HCl and 50 ml of 85% phosphoric acid. Boil under reflux for 10 hr (this time should not be shortened appreciably, but need not be continuous). Stop the heating and rinse down the condenser with a small amount of water and dissolve 150 g of $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in the slightly cooled solution. The resultant solution should be clear and intense yellow without a trace of green (blue). Any blue results from traces of reduced reagent and will cause elevated blanks. Refluxing for a short time after adding a couple of drops of bromine followed by removal of the excess bromine by open boiling (in a hood, of course) will correct this problem. If excess is avoided, a small amount of 30% hydrogen peroxide can be substituted for the bromine. Make the final solution to 1 liter. Filtration through a sintered glass filter removes insolubles, if necessary. Commercially prepared FCR is often employed. If protected from reductants, the reagent is ordinarily stable indefinitely, even if diluted.

Chemistry of Reaction

The pertinent chemistry of tungstates and molybdates is very complex.¹⁴ The isopolyphosphotungstates are colorless in the fully oxidized 6^+ valence state of the metal, and the analogous molybdenum compounds are yellow. They form mixed heteropolyphosphotungstates–molybdates. They exist in acid solution as hydrated octahedral complexes of the metal oxides coordinated around a central phosphate. Sequences of reversible one or two electron reductions lead to blue species such as $(\text{PMoW}_{11}\text{O}_{40})^{4-}$. In principle, addition of an electron to a formally nonbonding orbital reduces nominal MoO^{4+} units to “isostructural” MoO^{3+} blue species.

Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

1) Preparazione delle soluzioni



Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

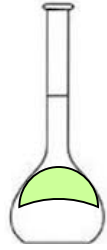
2) Reazione redox



50 ppm



100 ppm



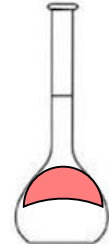
250 ppm



500 ppm



Vino bianco

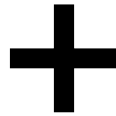


Vino rosso
diluito

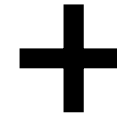
1 ml



Na_2CO_3

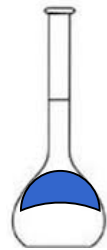
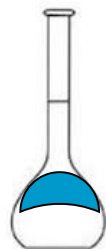


Reattivo F.-C.



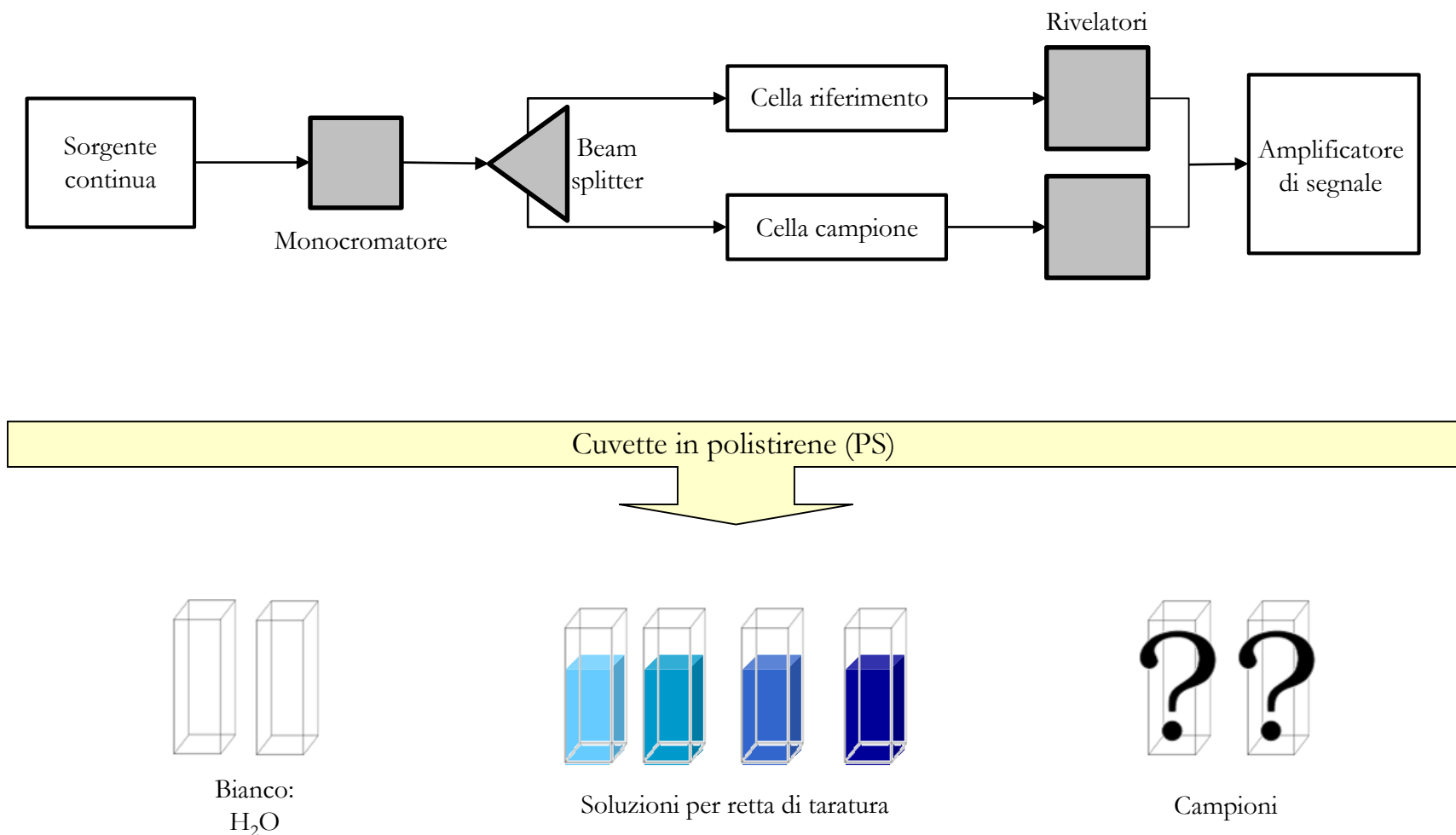
H_2O

90 minuti al buio



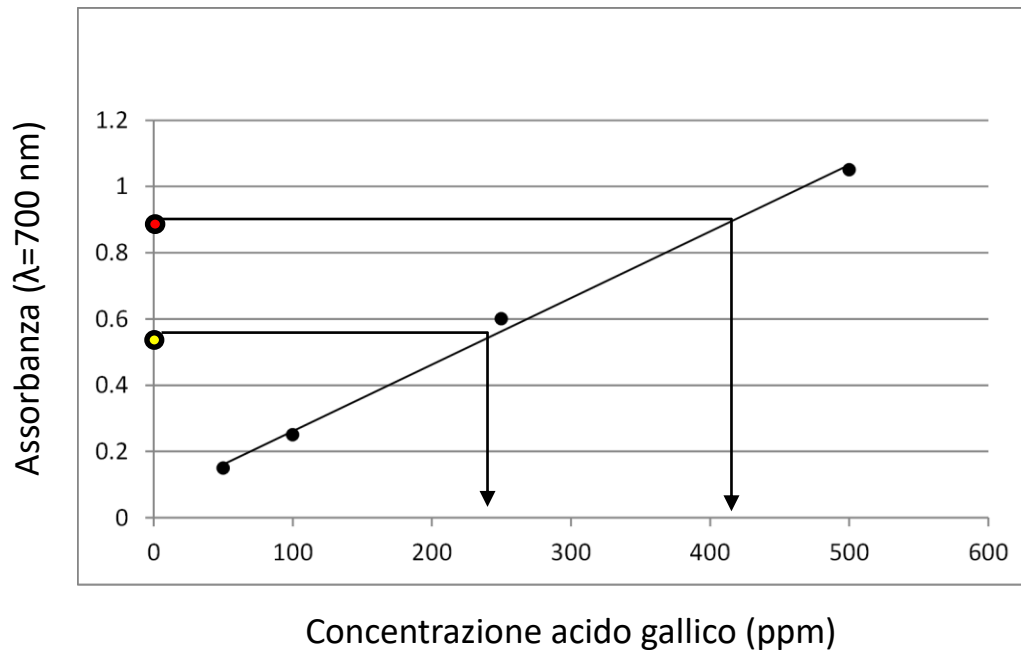
Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

3) Analisi in spettrofotometria UV-Vis con spettrofotometro doppio raggio



Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

4) Calcolo della concentrazione di polifenoli nei campioni di vino



Per calcolare la concentrazione di polifenoli nel campione di vino rosso bisogna tenere conto della diluizione effettuata!!!

Esp.2: DETERMINAZIONE DEI POLIFENOLI NEL VINO MEDIANTE SPETTROFOTOMETRIA UV-VISIBILE

Metodica di riferimento: Tesi Giacinti, A. ("Valorizzazione del *Pisum Sativum* L. tramite tecniche di bioliquefazione: studio e caratterizzazione", Università degli studi di Bologna, A.A. 2009-2010, pag. 44-46), modificata ai fini didattici.
(http://amslaurea.unibo.it/1806/1/giacinti_agnese_tesi.pdf)

Alma Mater Studiorum - Università degli studi di Bologna

FACOLTÀ DI CHIMICA INDUSTRIALE
Dipartimento di Chimica Industriale e dei Materiali

Corso di Laurea Magistrale
Chimica Industriale

Classe Lm-71 • Scienze E Tecnologie Della Chimica Industriale

**Valorizzazione del *Pisum Sativum* L. tramite
tecniche di bioliquefazione: studio e
caratterizzazione**

TESI DI LAUREA SPERIMENTALE

Presentata da:

AGNESE GIACINTI

Relatore:

DOTT. LEONARDO SETTI

Correlatrice:

DOTT.SSA ELENA ANSALONI

III Sessione

ANNO ACCADEMICO 2009 • 2010

Esp.3-6: QUANTIFICAZIONE DEI METALLI NEI TERRENI TRAMITE SPETTROMETRIA DI EMISSIONE ATOMICA AL PLASMA INDUTTIVAMENTE ACCOPPIATO (ICP-AES) DOPO MINERALIZZAZIONE ACIDA (ATTACCO FORTE E ATTACCO BLANDO)

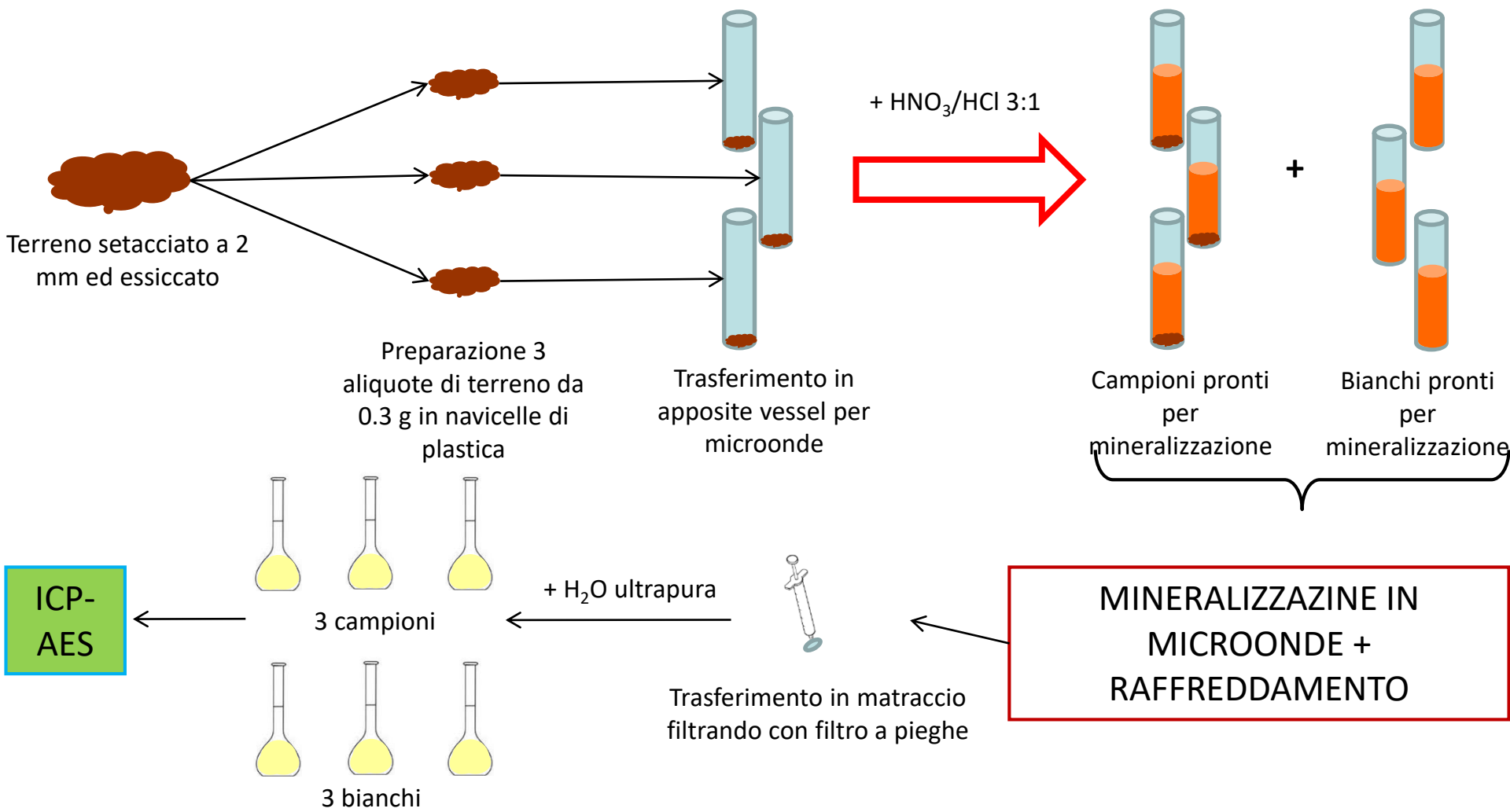
Vengono determinate le concentrazioni dei principali elementi maggiori (Mg, K, Fe, Al) e dei metalli pesanti (Cr, Cu, Zn, Ni, Mn, V) nel terreno, con il metodo della retta di taratura costruita attraverso soluzioni standard a concentrazioni crescenti per ogni metallo.

Verranno confrontate due metodiche di preparazione: un **attacco forte in microne** e un'**estrazione blanda a freddo**.

L'operazione viene effettuata con l'ausilio di funzioni del software dello strumento.

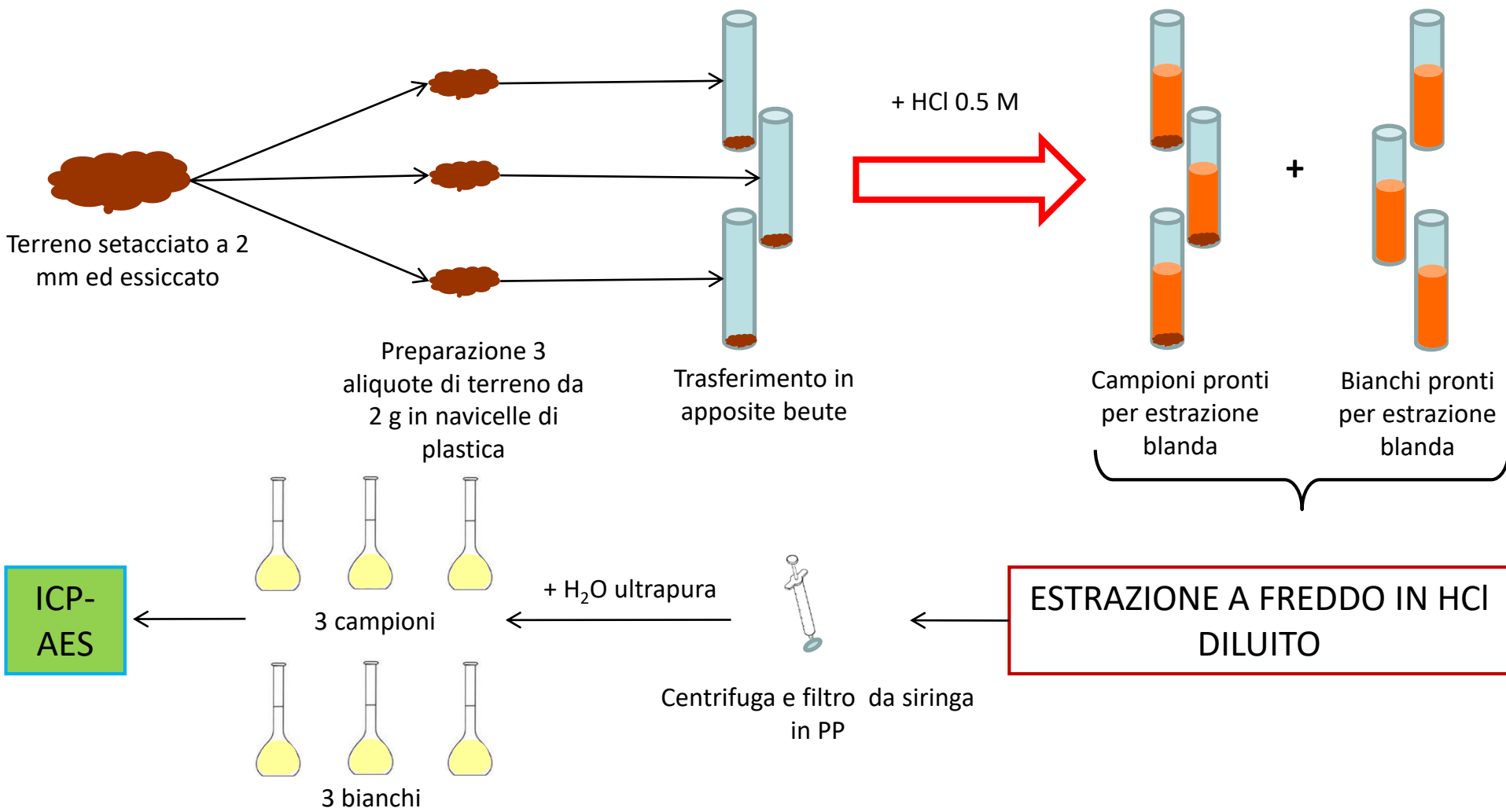
Esp.3-6: QUANTIFICAZIONE DEI METALLI NEI TERRENI TRAMITE SPETTROMETRIA DI EMISSIONE ATOMICA AL PLASMA INDUTTIVAMENTE ACCOPPIATO (ICP-AES)

ATTACCO FORTE:



Esp.3-6: QUANTIFICAZIONE DEI METALLI NEI TERRENI TRAMITE SPETTROMETRIA DI EMISSIONE ATOMICA AL PLASMA INDUTTIVAMENTE ACCOPPIATO (ICP-AES)

ESTRAZIONE BLANDA:



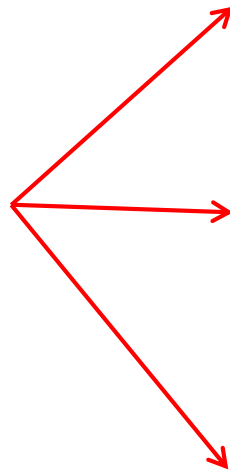
Esp.4: DETERMINAZIONE DEGLI ANIONI PRINCIPALI IN UN'ACQUA MINERALE COMMERCIALE MEDIANTE CROMATOGRAFIA IONICA (IC)

Analisi quantitativa:

le concentrazioni degli anioni verranno calcolate utilizzando una retta di taratura per ogni anione.



Analisi in triplicato



F^- , Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-}

Calcolare il dato medio \pm deviazione standard (per ogni anione)

Confrontare con il dato riportato sull'etichetta

Esp.4: DETERMINAZIONE DEGLI ANIONI PRINCIPALI IN UN'ACQUA MINERALE COMMERCIALE MEDIANTE CROMATOGRAFIA IONICA (IC)

F^- , Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-}

4. Data Analysis

Fase mobile: tampone carbonato
($NaHCO_3 / Na_2CO_3$)

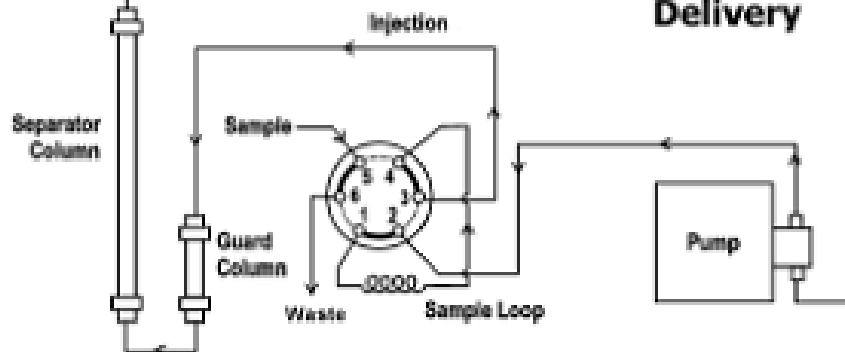
L'eluente è ora H_2CO_3
poco dissociato che
non viene rivelato

Nel soppressore il
controione Na^+ è
sostituito da H^+

3. Detection

1. Eluent
Delivery

2. Separation



Eluizione ISOCRATICA: l'eluente rimane a composizione costante durante tutto il processo di separazione

Esp.4: DETERMINAZIONE DEGLI ANIONI PRINCIPALI IN UN'ACQUA MINERALE COMMERCIALE MEDIANTE CROMATOGRAFIA IONICA (IC)

Metodica di riferimento: Metodo ISTISAN 96/34 ("Metodi di analisi utilizzati per il controllo chimico degli alimenti"), pag. 236-237, modificato ai fini didattici.

(www.iss.it/binary/publ2/cont/Rapporto%2096-34.1140450878.pdf)

ISTITUTO SUPERIORE DI SANITA'

Metodi di analisi utilizzati
per il controllo chimico
degli alimenti

Raccolta a cura di
Massimo Baldini, Fabio Fabietti, Stefania Giammaroli,
Roberta Onori, Leucio Orefice e Angelo Stacchini

Laboratorio Alimenti

ISSN 1123-3117

Rapporti ISTISAN

96/34

Esp.5: ANALISI QUALITATIVA DEL VOLATILOMA DEL MIELE MEDIANTE TECNICA HS-SPME-GC-MS

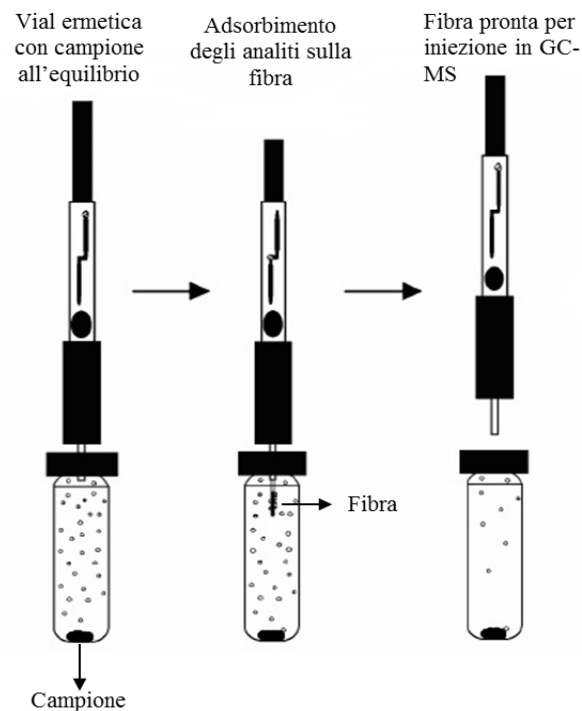


Strumentazione:

- Gascromatografo Agilent HP 6890 accoppiato allo spettrometro di massa Agilent 5973 implementato con sistema di autocampionamento Gestel MPS22-Twister.

Tecnica di estrazione del campione:

- Microestrazione in fase solida da spazio di testa



I composti volatili del miele

43 mieli monofloreali analizzati

Food
Chemistry

Food Chemistry 72 (2001) 511–520

www.elsevier.com/locate/foodchem

Analytical, Nutritional and Clinical Methods Section

Contribution of dynamic headspace GC–MS analysis of aroma compounds to authenticity testing of honey

B.S. Radovic^{a,*}, M. Careri^b, A. Mangia^b, M. Musci^b,
M. Gerboles^c, E. Anklaam^a

Table 1
Volatile compounds identified in 43 unifloral honeys analysed

No.	Compound	RT	KI calc.	ID ^a	Occurrence ^b									
					Ch	He	Eu	Lim	Rs	Sun	Lav	Ros	Ac	
1	acetone	2.97	808	MS,RT	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
2	1-octene	3.32	833	MS,RT			3							
3	ethyl acetate	4.09	892	MS,RT, KI	8	7				2	1		5	
4	2-methylfuran	4.17	898	MS				4						
5	2-butanone	4.32	904	MS,RT	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
6	2-methylbutanal	4.59	909	MS,KI	9	8	3	4	3	4	2	2	7	
7	3-methylbutanal	4.64	915	MS,RT, KI	9	8	3	4	3	4	2	2	7	
8	3-methyl-2-butanone	5.01	918	MS				4						
9	2-propanol	5.26	935	MS,RT	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
10	ethanol	5.54	944	MS	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
11	2-ethylfuran	5.67	949	MS,RT	9	8								
12	pentanal	6.77	964	MS,RT, KI	9	8		4	4		2		7	
13	2-pentanone	6.94	970	MS,RT,KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
14	N.I. ^c (m/z 55, 67, 85, 97)	7.48	994	MS							1			
15	2-methylpropanenitrile	7.67	1009	MS				1						
16	α -pinene	8.61	1029	MS,RT,KI					4					
17	chloroform	9.07	1038	MS, RT	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
18	short chain carbonic compound	10.1	1067	MS			1							
19	α -methylbutenol	10.6	1069	MS	8	7	3	2	2	4	2	2	7	
20	2,3-pentanedione	11.2	1083	MS			3							
21	dimethyl dioliphide	11.4	1086	MS, KI	9	8	3	1	4					
22	hexanal	12	1099	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
23	methyl-2-butenal	12.4	1107	MS	8	1	3	1	1	4	2	1	7	
24	2-methyl-1-propanol	13.2	1124	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	2	2	2	6	
25	N.I. (m/z 91, 119)	13.6	1132	MS				4						
26	N.I. (55, 83, 98)	14.4	1147	MS							1			
27	3-methyl-2-butanol	14.7	1153	MS					4					
28	2-pentanol	14.7	1153	MS		1					1			
29	1-butanol	15.7	1173	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
30	α -terpinene	16.4	1187	MS,RT, KI				4						
31	1-penten-3-ol	16.4	1187	MS		3								
32	2-heptanone	16.9	1198	MS,RT, KI	9		2							
33	heptanal	17	1200	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
34	2,3-dihydro-4-methylfuran	17.4	1212	MS	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
35	α -terpene (m/z 91, 119, 134)	18	1229	MS				4						
36	α -pinene oxide	18.2	1236	MS				4						
37	3-methyl-1-butanol	18.3	1237	MS,RT, KI	9	8	3		4	4	2	2	7	
38	α -cyclic ether	18.8	1251	MS				3						
39	α -terpene (m/z 93, 121, 136)	19.2	1263	MS				4						
40	bicyclo 3.2.1-octane-2,3-bis(methylene)	19.2	1265	MS				3						
41	3-methyl-3-buten-1-ol	19.6	1277	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
42	1-pentanol	19.8	1280	MS,RT, KI	9	8					1			
43	2-methylidihydrofuranone	19.9	1284	MS	9									
44	methyl isopropyl benzene	20	1287	MS				4						
45	3-hydroxy-2-butanone (acetoin)	20.6	1304	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7	
46	octanal	20.8	1312	MS,RT, KI	9	8		4	4	4	2	2	7	
47	an aromatic hydrocarbon	20.9	1315	MS				4						
48	hydroxyacetone (acetol)	21	1321	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2		7	
49	2,2,6-trimethylcyclohexanone	21.5	1335	MS							1			
50	1-pentanol-4-methyl	21.8	1347	MS							1			
51	N.I. (m/z 91, 105)	21.8	1348	MS				2						
52	methyl-2-butenol	21.9	1353	MS	9	8	2	3	4	4	2	2	7	
53	5-hepten-2-one-6-methyl	22.3	1365	MS,RT, KI	4	3		1		1	1	2	2	
54	3-hydroxy-2-pentanone	22.4	1368	MS			1					1		
55	ethyl-2-hydroxypropanoate	22.5	1372	MS							1			
56	1-hexanol	22.9	1386	MS,RT, KI	2		1							

(continued on next page)

Table 1 (continued)

No.	Compound	RT	KI calc.	ID ^a	Occurrence ^b								
					Ch	He	Eu	Lim	Rs	Sun	Lav	Ros	Ac
57	2-hydroxy-3-pentanone	22.9	1386	MS				3					1
58	1-octen-3-ol	23.3	1399	MS			1						
59	3-hexenylformate	23.7	1416	MS								1	
60	3-hexen-1-ol	23.7	1417	MS,RT	9	5							
61	nonanal	23.9	1423	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7
62	2-butoxyethanol	24.1	1435	MS								1	
63	1,3,8-menthatriene	24.6	1453	MS				1					
64	N.I. (m/z 67, 85, 110)	24.8	1460	MS				2					
65	N.I. (m/z 43, 71, 114)	24.8	1460	MS				3					
66	2-cyclohexene-1-one	24.8	1462	MS				1					
67	dimethylstyrene	24.9	1465	MS	9			4					
68	5-methyl-1-hexanol	24.9	1466	MS								1	
69	N.I. (m/z 43, 55, 73, 114)	24.9	1469	MS				3					
70	<i>cis</i> -limonol oxide	25.2	1477	MS	9	8				1	4	2	7
71	N.I. (m/z 43, 57, 85)	25.3	1482	MS				3					
72	furfural	25.6	1493	MS	9	8	3	4	4	4	2	2	7
73	N.I. (m/z 57, 69, 85)	25.9	1508	MS				3					
74	decenal	26.5	1533	MS,RT,KI	9	8	3	4	4	4	2	2	6
75	2-acetyl furan	26.6	1538	MS	9	8	3	4	4	4	2	2	7
76	hexanaldehyde	27	1555	MS,RT, KI	9	8	3	4	4	4	2	2	7
77	3,7-dimethyl-1,6-octadien-3-ol (linalool)	27.6	1583	MS	2	1	1	4	1		1		4
78	bicyclo 2,2,2-octan-1-ol-4-methyl	27.8	1590	MS			7						
79	3-cyclohexen-1-ol-5-methylene-6-isopropylene	28	1597	MS					4				
80	5-methylfurfural	28.2	1608	MS	9	3	3				4		
81	cyclopentendione	28.4	1620	MS	4	4						2	
82	2-methylpropanoic acid	28.5	1625	MS	1								
83	2-cyclohexen-1-one-3,5,5-trimethyl	28.7	1632	MS		8	1					1	
84	3-methyl-1-undecene	28.8	1638	MS	1			2					
85	1,5,7-octatrien-3ol-3,7-dimethyl	29	1648	MS	3	1	3	4	4	4	2		5
86	2(3H)-furanonedihydro-5-methyl	29	1648	MS	2	1							
87	γ -butyrolactone	29.4	1666	MS	2	8	1				4		
88	2-allyl-4-methylphenol	29.4	1668	MS					2				
89	4-acetyl-1-methylcyclohexene	29.5	1672	MS				1					
90	phenylacetaldehyde	29.7	1680	MS	9	8	3					2	
91	acetophenone	29.9	1689	MS	9	8		4	4	4	1	2	5
92	furfuryl alcohol	30.1	1698	MS	8	6	3	4	4	4	1		
93	N.I. (m/z 70, 154)	30.2	1704	MS	8								
94	Ethylbenzoate	30.2	1706	MS	5								
95	N.I. (m/z 56, 85, 125)	30.3	1709	MS	9			4					
96	2- + 3-methylbutanoic acid	30.7	1730	MS	9	8				3			
97	4-oxoisophorone	30.8	1733	MS	9	8	3	4	4			2	5
98	N.I. (m/z 60, 68, 96, 152)	30.8	1734	MS								1	
99	N.I. (m/z 95, 145)	31	1747	MS	2	8	3	4					
100	2,4-cycloheptadien-1-one-2,6,6-trimethyl	31.6	1775	MS	8							1	
101	N.I. (m/z 67, 91, 110)	31.6	1776	MS	8	3							
102	4-methyl acetophenone	31.7	1778	MS					4				
103	2-methyl acetophenone	32.4		MS					1				
104	1,4-cyclohexanedione-2,6,6-trimethyl	32.5		MS	6								
105	α -methylpropyl phenyl acetate	32.6		MS	9	1		4	1				
106	α -methylbenzyl alcohol (sec-phenethyl alcohol)	33.1		MS	9								
107	4-ethylphenylacetate	33.6		MS	9	7							
108	benzyl alcohol	33.9		MS	9	7	3	4	4	4	2	2	5
109	3-aminoacetophenone	34.3		MS	8	3							
110	phenylethyl alcohol	34.4		MS	5	8	1	2	4	4	2	2	4

^a Method of identification: MS, identification by comparison with mass spectrum stored in NIST library. RT, identification by comparison with retention time of authentic reference compounds. KI, identification by comparison with literature data.

^b Botanical origin: Ch, Chestnut (nine samples). He, Heather (eight samples). Li, Lime (four samples). Sun, Sunflower (four samples). Eu, Eucalyptus (three samples). Rs, Rape (four samples). Lav, Lavender (two samples). Ros, Rosemary (two samples). Ac, Acacia (seven samples).

^c N.I., not identified.

I terpeni



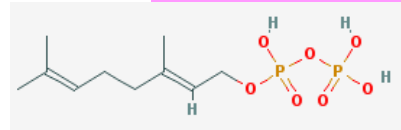
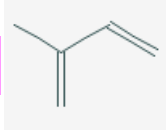
Review

Monoterpene and sesquiterpene synthases and the origin of terpene skeletal diversity in plants

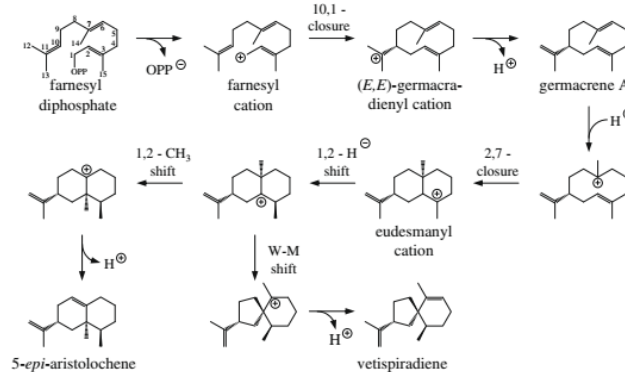
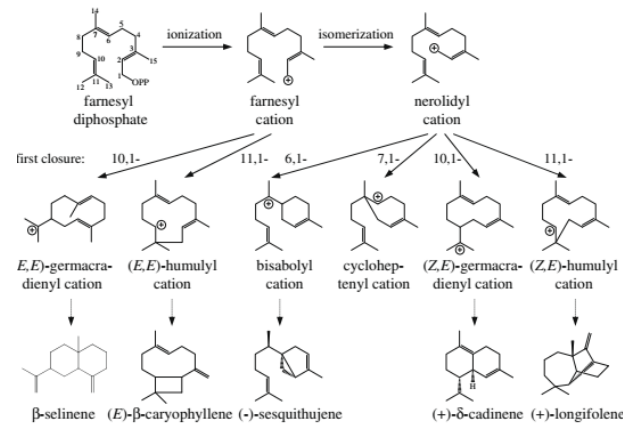
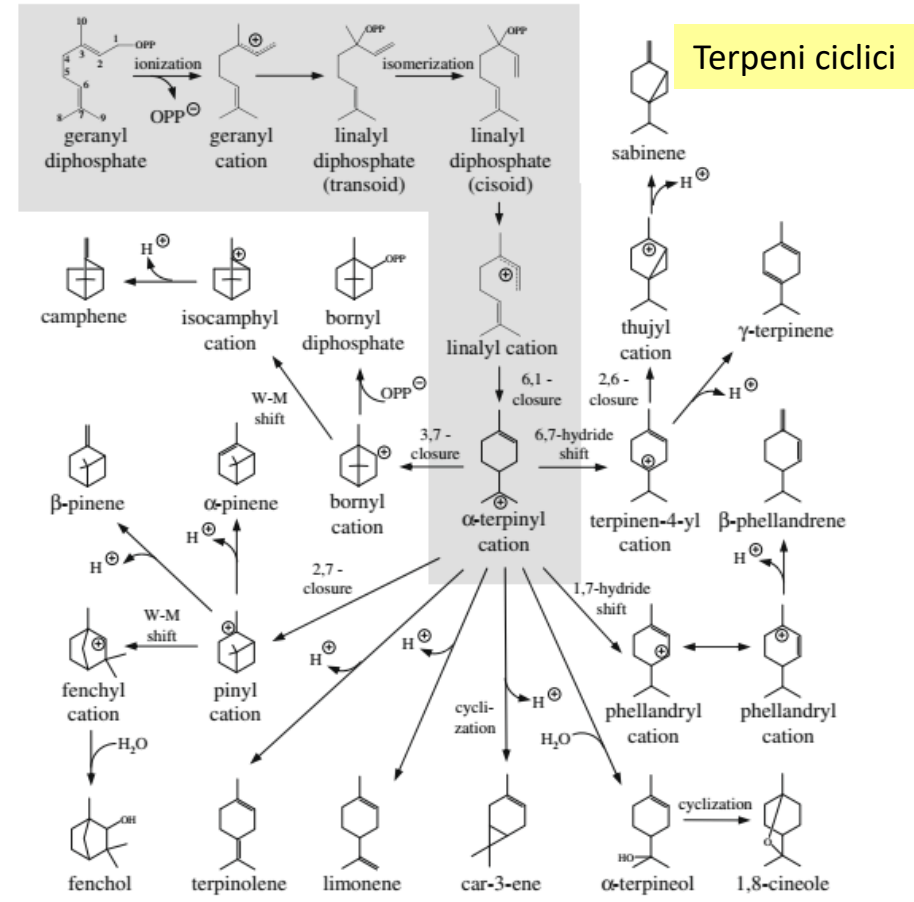
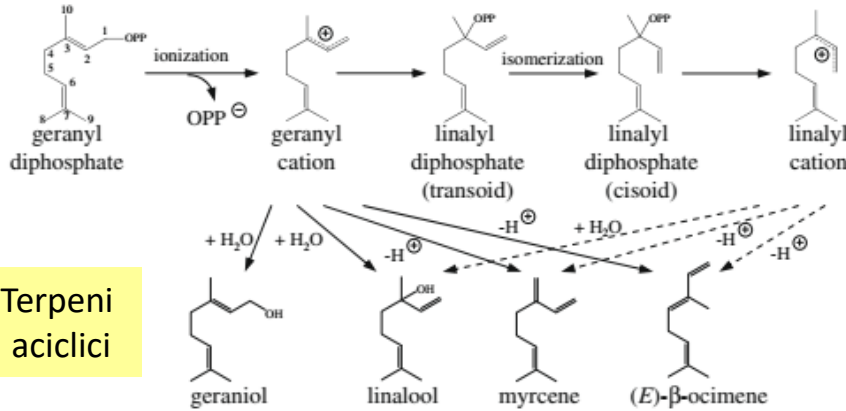
Jörg Degenhardt^{a,*}, Tobias G. Köllner^a, Jonathan Gershenzon^b

Geranyl-difosfato

Isoprene



Terpeni aciclici



Terpeni ciclici

Scopo: generazione di un database di volatilità di mieli diversi per:

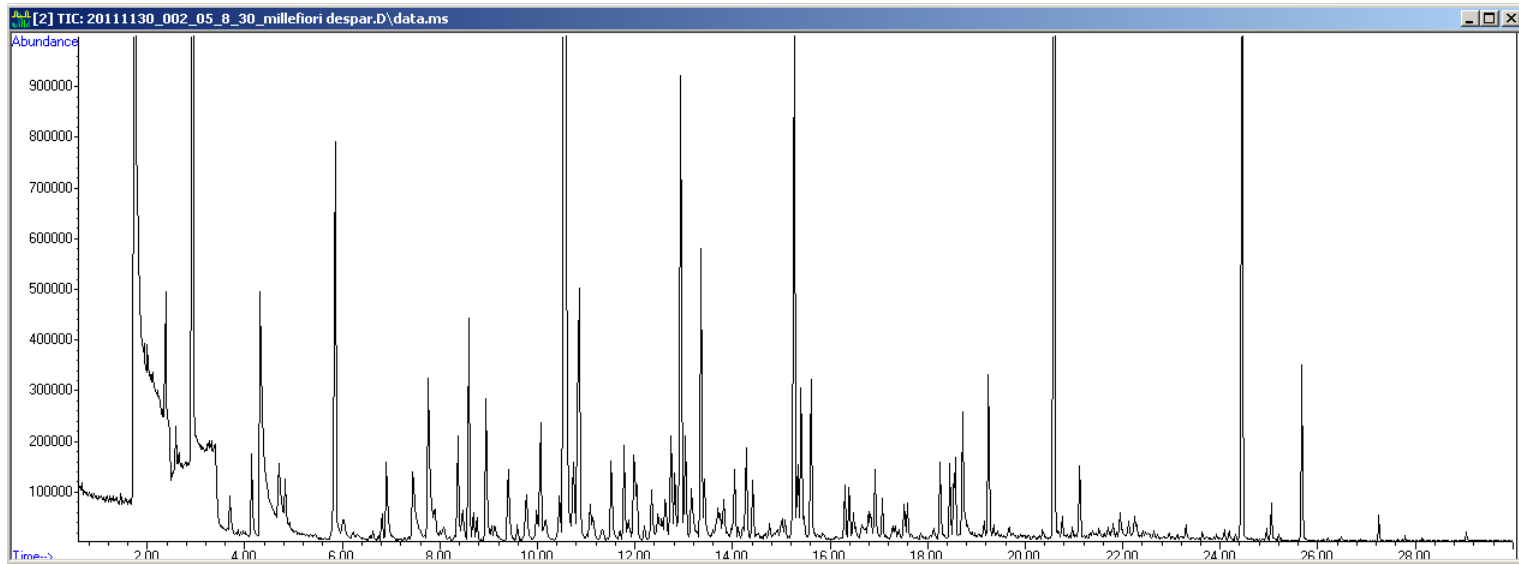
- controllo qualità del miele (è veramente monofloreale? e di che pianta?)
- identificazione geografica

Table 2
Marker compounds typical for certain floral and geographical origins

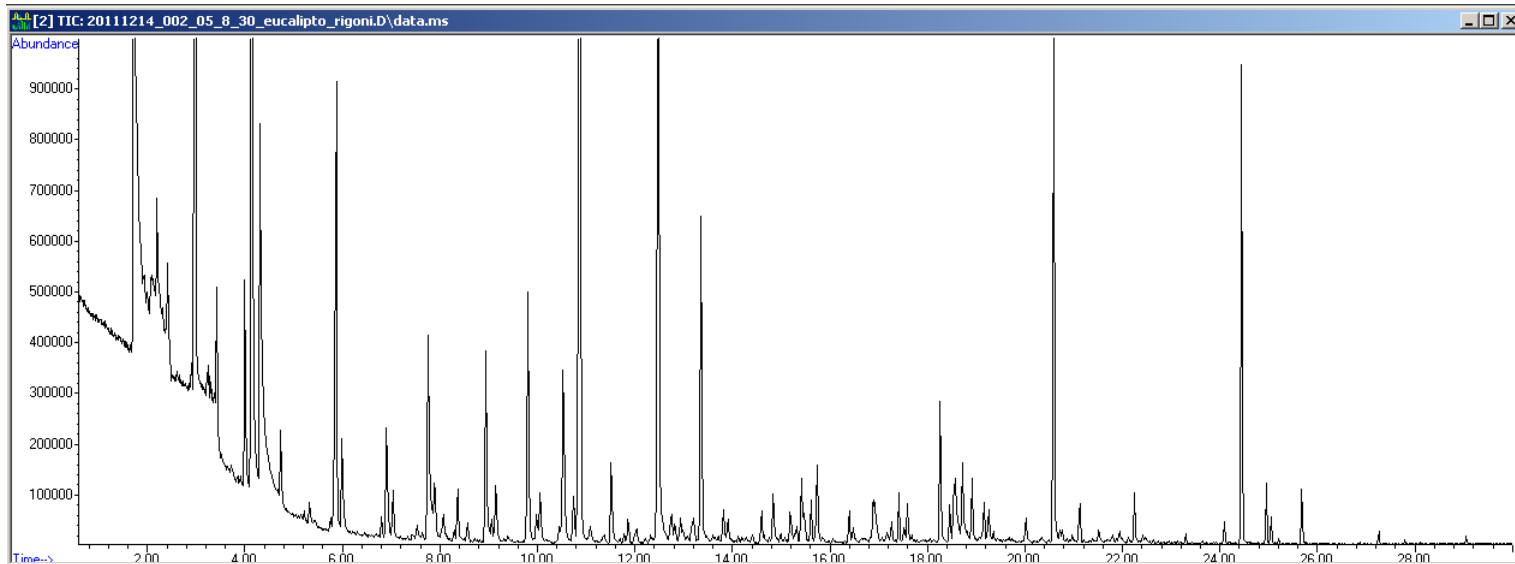
Botanical/ geographical origin	Marker compound	
	Presence of	Absence of
Acacia	Both <i>cis</i> -linalool oxide and heptanal	Both phenylacetaldehyde and dimethyl disulphide
Chestnut (<i>Castagna</i>)	2-methyldihydrofuranone or α -methylbenzyl alcohol or both 3-hexen-1-ol and dimethylstyrene	–
Eucalyptus	1-octene or 2, 3-pentanedione or a-cyclic ether or N.I. ^a (<i>m/z</i> 43, 55, 73, 114) or N.I. ^a (<i>m/z</i> 43, 71, 114) or N.I. ^a (<i>m/z</i> 43, 57, 85) or N.I. ^a (<i>m/z</i> 57, 69, 85)	–
Heather (<i>Erica</i>)	N.I. ^a (<i>m/z</i> 70, 154) or N.I. ^a (<i>m/z</i> 67, 91, 110) or bicyclo-2,2,2-octan-1-ol-4-methyl or 4-ethylphenyl acetate	–
Lime	2 methylfuran or N.I. ^a (<i>m/z</i> 91, 119) or α -terpinene or α -pinene oxide or α -terpene (<i>m/z</i> 91, 119, 134) or terpene (<i>m/z</i> 93,121,136) or bicyclo-3,2,1-octane-2,3 bis (methylene) or methyl isopropyl benzene or an aromatic hydrocarbon or 3-cyclohexen-1-ol-5-methylene-6-isopropylene or 4-methylacetophenone	3-methyl-1-butanol
Lavender	Heptanal	4-oxoisophorone
Rape (<i>Colza</i>)	Dimethyl disulphide	2-methyl-1-propanol
Rosemary	–	2-acetylfuran
Sunflower	α -pinene or 3-methyl-2-butanol	Both heptanal and 4-oxoisophorone
Denmark	–	3-methylbutanal
England	1-penten-3-ol	–

^a N.I., not identified (characteristic fragment ions in parenthesis).

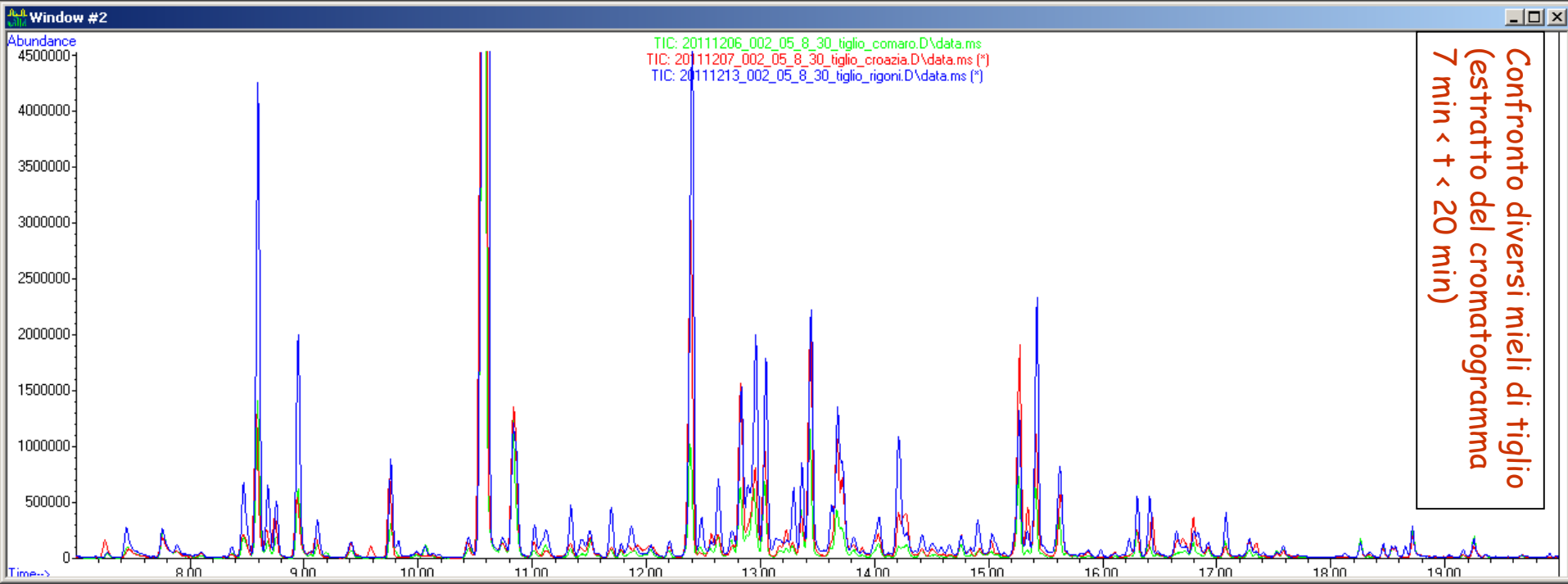
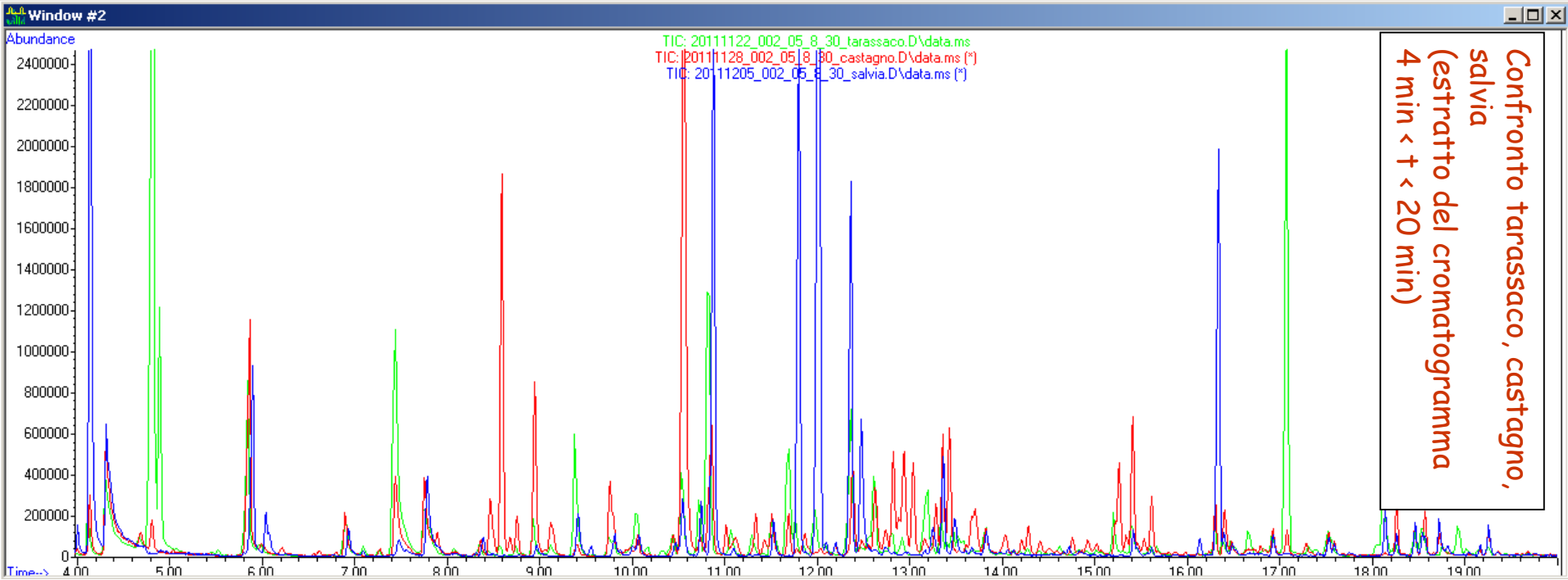
Cromatogramma del volatiloma di un miele



Gruppo 5 - millefiori Despar



Gruppo 4 - eucalipto Rigoni



MATERIALE DA PORTARE IN LABORATORIO

Campioni:

- una lattina di una bevanda a base di cola;
- un'acqua minerale **NON** gasata e possibilmente non oligominerale;
- una terreno campionato a cura dei gruppi (uno per gruppo), lasciato asciugare in un foglio di carta per almeno 24 ore e riposto in un contenitore fornito dal docente;
- vino bianco e vino rosso (15 ml) per analisi dei polifenoli
- miele