

Esp.3: ANALISI QUALITATIVA DI COMPOSTI ORGANICI VOLATILI (COV) DI OLI ESSENZIALI MEDIANTE TECNICA HS-SPME-GC-MS

SCOPO DELL' ESPERIENZA:

Determinazione qualitativa dei composti organici volatili (COV) presenti nel volatiloma di oli essenziali puri 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*), con campionatore SPME manuale.

APPARECCHIATURA:

Materiale corrente da laboratorio, in particolare:

- vial di vetro da 20 ml capsula dotata di setto PTFE/silicone;
- fibra per SPME manuale della Supelco (polimeri: 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 × 0,25 mm di diametro interno) ricoperta di Phenyl Arylene [(5%-Phenyl)-methylpolysiloxane] la cui pellicola ha uno spessore di 0,25 µm; gas *carrier*: elio;
- spettrometro di massa Agilent 5973i.

PROCEDIMENTO:

Si deposita una goccia di olio essenziale (usando il contagocce presente nella confezione) e si chiude ermeticamente la vial con l'apposita capsula.

L'analisi prevede:

- l'incubazione del campione a 45°C per 2 min nell'agitatore termostato;
- l'esposizione della fibra nello spazio di testa per 30s a 45°C;
- il desorbimento della fibra nell'iniettore del gascromatografo a 250°C.

Nel momento in cui inizia il desorbimento della fibra nell'iniettore si fa partire la registrazione della corsa cromatografica, contemporaneamente inizia la rampa di temperatura del forno, come segue: 40°C mantenuti per 5 min, rampa da 40°C a 120°C alla velocità di 5°C/min, rampa da 120°C a 220°C alla velocità di 15°C/min, rampa da 220°C a 250°C alla velocità di 20°C/min, per un totale di 24 min. L'intervallo di acquisizione dello spettrometro di massa è impostato tra 35 m/z e 300 m/z in Total Ion Current (TIC).

Prima dell'analisi di un campione la fibra viene condizionata a 250°C per 10 min 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.