



Scopo del lavoro

Verificare se sia possibile individuare nello spazio di testa di un campione di latte liofilizzato le molecole indice dell'invecchiamento dello specifico campione.

In particolare si è cercato di effettuare un'analisi diretta, a temperatura ambiente, simulando quanto più possibile le condizioni alle quali avviene la percezione olfattiva.

Composti volatili marcatori dell'invecchiamento di un alimento, analisi e determinazione

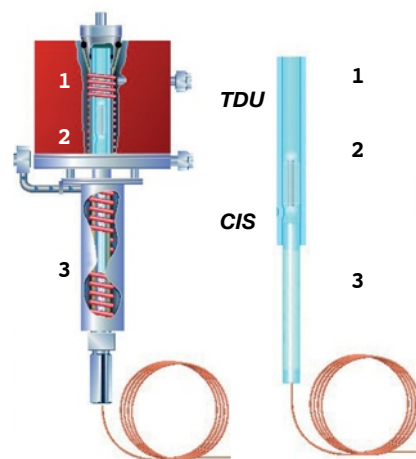
Caratteristiche principali del sistema strumentale:

Tecnologia liner in liner

- il **termodesorbitor TDU Gerstel** è installato direttamente sopra l'iniettore crio-focalizzato CIS; il collegamento è diretto senza l'ausilio di transfer-line, per un trasferimento efficiente e senza rischi di contaminazioni tra l'analisi di un campione e l'altro. Durante la fase di desorbimento l'iniettore viene tenuto freddo, solo a desorbimento completato l'iniettore è riscaldato velocemente per il trasferimento in banda stretta degli analiti in colonna.
- l'**iniettore PTV CIS 6 Gerstel** consente di lavorare in tutte le modalità di iniezione: split, splitless, on-column e large-volume. La funzione di crio-focalizzazione permette l'intrappolamento delle molecole desorbite dalla TDU,

anche senza l'ausilio di una fase adsorbente. Usando CO₂ liquida è possibile lavorare fino a -78°C oppure con N₂ liquido raggiungere i -191 °C.

- il **campionatore MPS Gerstel** consente l'automazione del sistema di introduzione del campione. I tubi del desorbitor riempiti con i diversi campioni sono alloggiati all'interno dell'apposito tray sul campionatore e movimentati in automatico. Il sistema consente l'analisi in continuo di sequenze di campioni senza necessità dell'intervento dell'operatore.



Tecnologia liner in liner

1. Tubo termodesorbitor TDU
2. Campione tal quale
3. Liner iniettore CIS

Strumentazione

- Sistema GC-MS Agilent Technologies
- Gascromatografo Agilent serie 7890
- Iniettore Large Volume Gerstel CIS 6
- Unità di termodesorbimento Gerstel TDU
- Autocampionatore Gerstel serie MPS



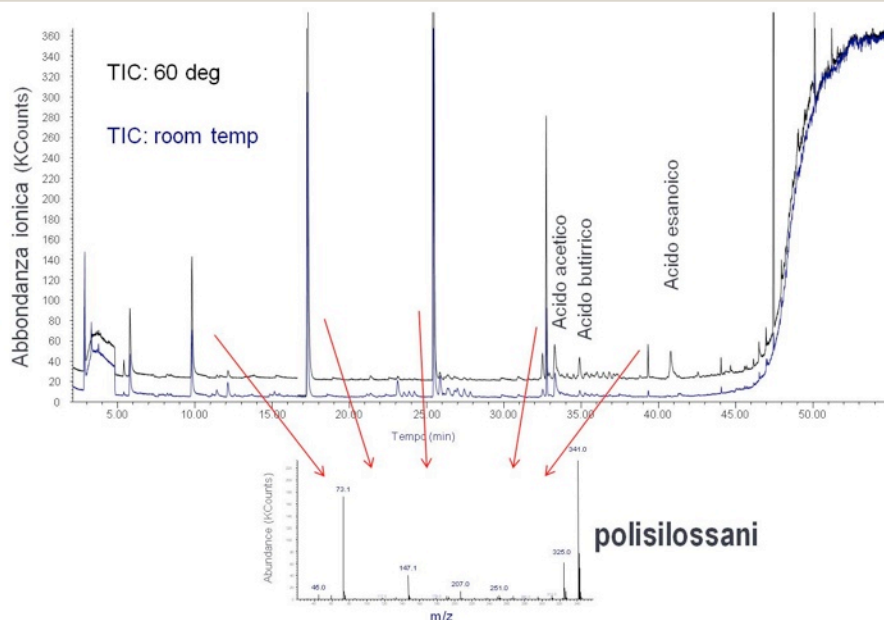
Analisi con tecniche classiche della componente volatile in campioni solidi di alimenti

Metodo di campionamento	Vantaggi	Svantaggi
Estrazione con solvente non acquoso	semplicità del metodo	perdita molecole molto volatili; nessuna comparazione con la sensazione olfattiva
HS - SPME	facilità uso, buona sensibilità	selettività delle fasi, sensibilità talvolta non sufficiente
HS statico	composizione effettiva della concentrazione in HS	scarsa sensibilità
HS dinamico (DHS)	alta sensibilità	selettività della fase adsorbente
P&T in dispersione	alta sensibilità	Nessuna comparazione con la sensazione olfattiva, saturazione per molecole abbondanti

Esempio di analisi di un campione di latte liofilizzato con campionamento SPME

100 mg di campione in vial da 2ml;
tempo di adsorbimento 1 ora

Il cromatogramma evidenzia la scarsa sensibilità per le molecole di potenziale interesse. I picchi più abbondanti come evidenziato dall'indagine spettrale si riferiscono al rilascio dei polisilossani.



Analisi di latte in polvere con desorbimento diretto in TDU + CIS6

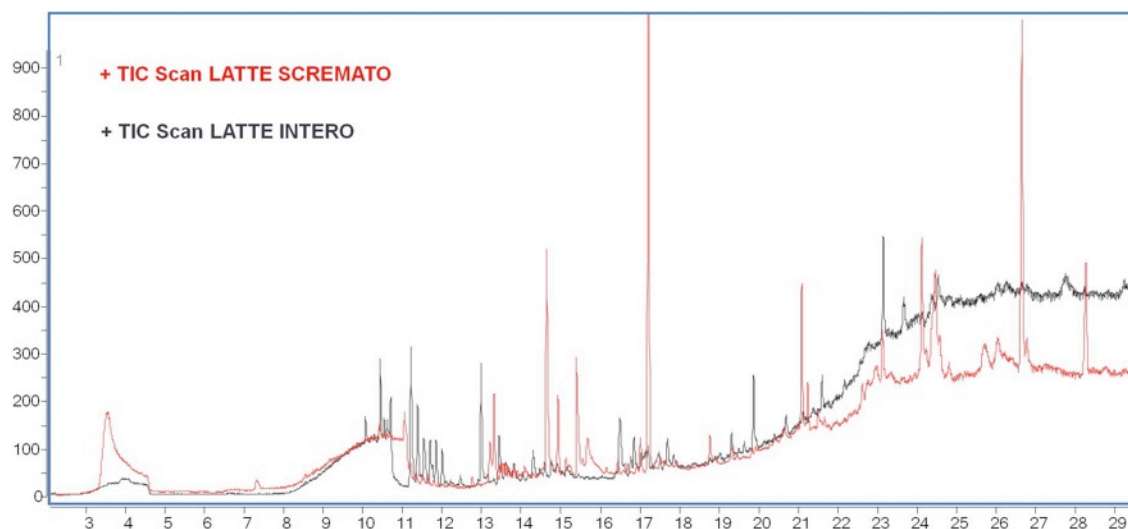
100 mg di un campione di latte liofilizzato sono inseriti direttamente nel tubo di desorbimento della TDU.

Lo stripping delle sostanze volatili è effettuato a temperatura ambiente, per poter confrontare i risultati analitici con l'analisi sensoriale effettuata alle condizioni di consumo del prodotto.

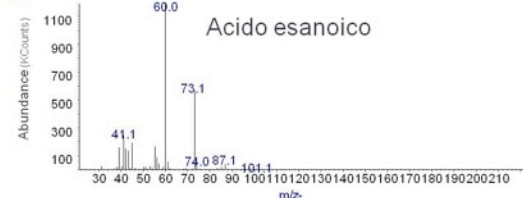
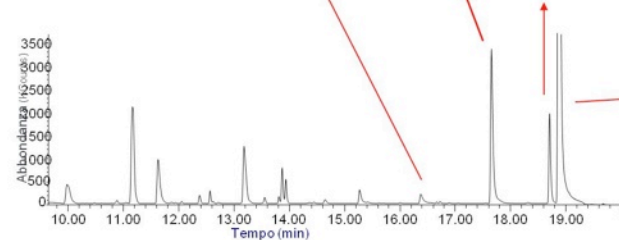
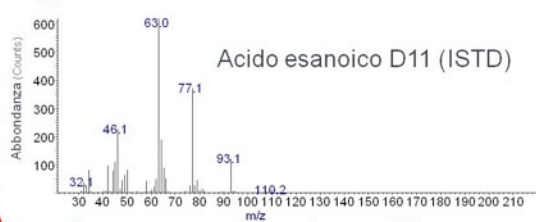
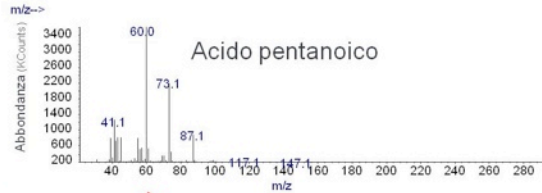
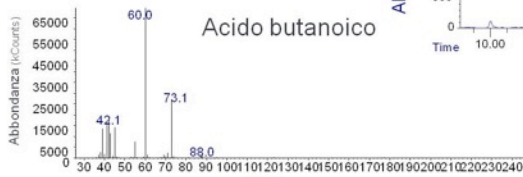
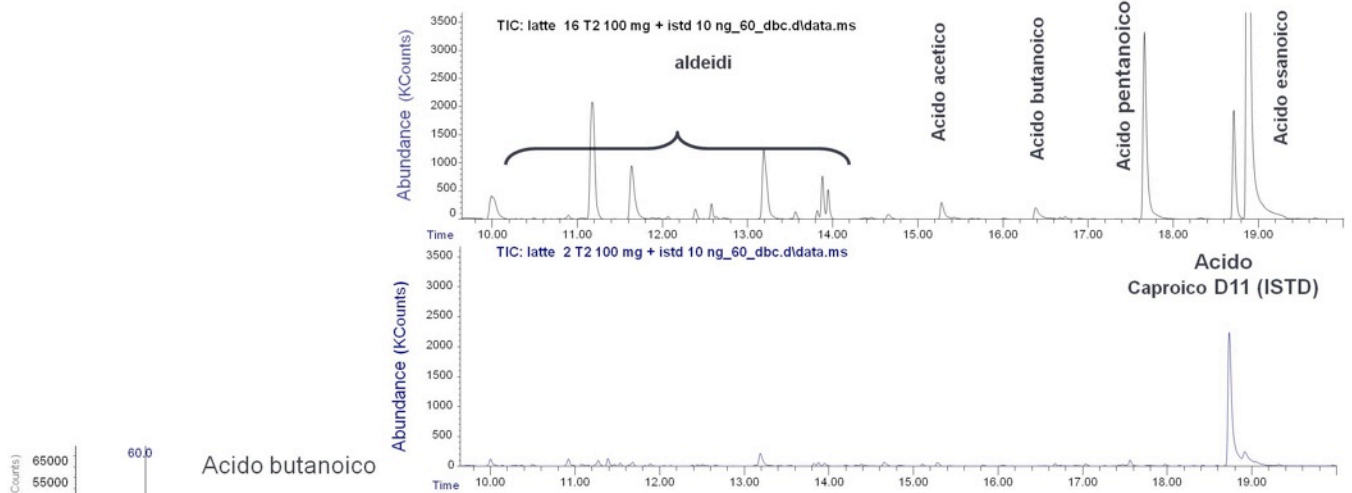
- Flusso di stripping: 30 mL/min per 30 min,
- desorbimento a 30°C
- Criofofocalizzazione: -40°C liner "baffled"



Confronto dei tracciati in full scan di due campioni di latte in polvere

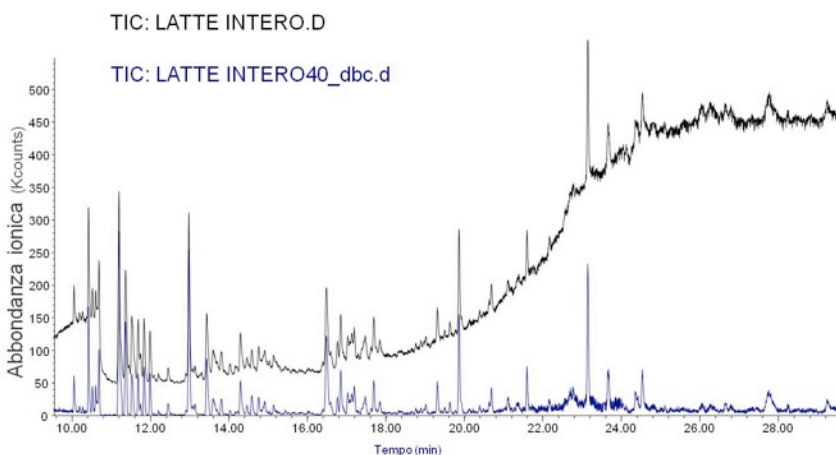


Confronto tra latte fresco e latte rancido



Identificazione di alcuni dei composti che caratterizzano la frazione volatile

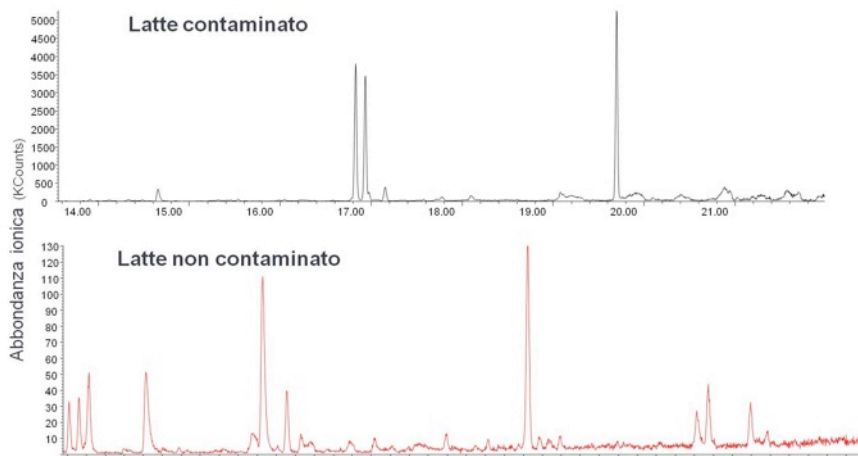
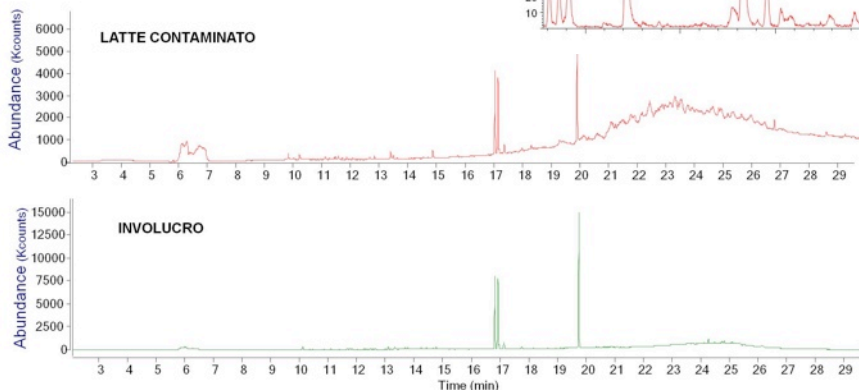
Sottrazione dinamica del background



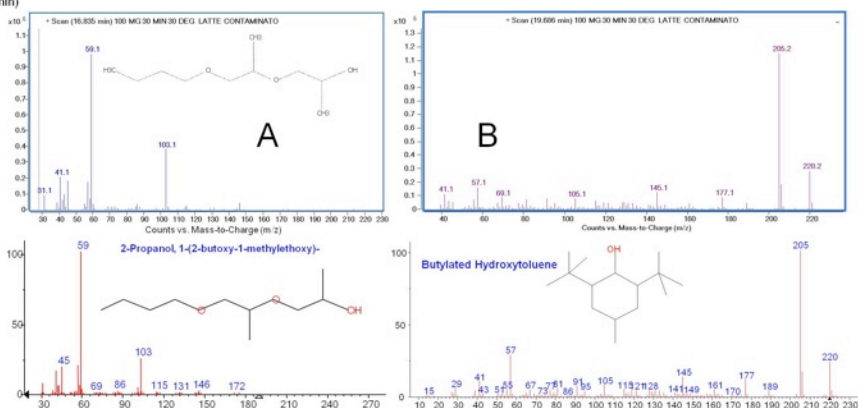
Il Software **ClearView Almsco** utilizza il sofisticato algoritmo **Dynamic Background Compensation (DBC)** per discriminare i picchi cromatografici dalle anomalie di background e della linea di base. ClearView riprocessa i file di dati GC/MS e sottrae gli ioni del background dagli ioni del Total Ion Chromatogram (TIC) aumentando sia la pulizia dello spettro sia la qualità dell'integrazione del picco. Il software è veloce ed intuitivo e lavora con i principali formati data file GC/MS. I file di dati possono essere processati singolarmente o raggruppati in insieme; il tempo di processing per ciascun file è di circa 3 secondi e nessuna informazione del GC/MS data file originale viene cancellata o persa.

Indagine preliminare sull'applicabilità della tecnica per la determinazione di contaminanti

Confronto tra latte contaminato e latte non contaminato



Confronto tra il campione di latte contaminato e il relativo imballaggio. Conferma dell'origine della contaminazione e identificazione dei picchi dei contaminanti



Valutazione sul rilascio a diversa temperatura dei materiali e indagine strutturale sui polimeri del packaging

Per questa specifica applicazione si è sfruttata la caratteristica unica del CIS 6 di raggiungere la temperatura di 650°C, con rampa di riscaldamento estremamente veloce, (18°C/s) per simulare direttamente nell'iniettore non solo un processo di desorbimento ma anche un processo di pirolisi.

Conclusioni:

- Il desorbimento diretto con il sistema liner in liner permette l'analisi qualitativa di alimenti solidi senza effetto memoria e senza preparazione del campione.
- La tecnica permette di caratterizzare e comparare campioni diversi o studiare lo stesso campione sottoposto a trattamenti diversi.

Valutazioni preliminari:

- Con la stessa configurazione strumentale è possibile:
- rivelare la presenza di contaminanti provenienti dal packaging,
 - effettuare studi sul rilascio dei materiali sottoposti a diverso trattamento termico con indagine strutturale sui polimeri del relativo packaging.