



IL PROBLEMA ANALITICO

COSA CERCARE ?

COME TROVARLO ?

1. TRATTAMENTO CAMPIONE
2. ESTRAZIONE
3. PURIFICAZIONE
4. DETERMINAZIONE QUALI-QUANTITATIVA



STORIA

Cromatografia = colore + grafia

1906 - Michael Tswett, botanico russo

Metodo per separare pigmenti di piante
attraverso una colonna riempita di gesso



DEFINIZIONE

Il processo di separazione che coinvolge
l'interazione di uno o più soluti con due fasi

FASE

un sistema omogeneo in tutte le sue parti, non
solo come composizione chimica ma anche come
stato di aggregazione

- FASE MOBILE

Gas o liquido che passano attraverso la "colonna"

- FASE STAZIONARIA

Un solido o un liquido che non si muovono



CROMATOLOGRAFIA

COSA

Tecnica che permette di separare componenti assai
simili da miscele complesse

COME

Il campione viene sciolto in una fase mobile fatta
passare attraverso una fase stazionaria immiscibile
con essa

PERCHE'

La diversa interazione degli analiti con la fase
mobile e con la fase stazionaria porta alla
separazione cromatografica degli stessi

MECCANISMO

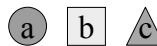
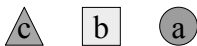
Laboratorio per il
Controllo della Qualità
degli Alimenti



INTRODUZIONE

SEPARAZIONE

RIVELAZIONE

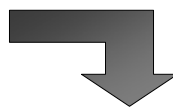
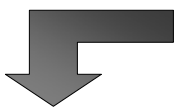


CROMATOGRAFIA

Laboratorio per il
Controllo della Qualità
degli Alimenti

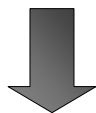


FASE MOBILE



LIQUIDO

GAS



HPLC

GASCROMATOGRAFIA

GAS CROMATOGRAFIA

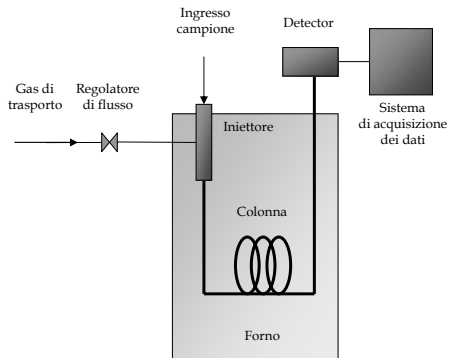
Il campione viene iniettato e vaporizzato in testa alla colonna gascromatografica

Si eluisce il campione usando come fase mobile un gas inerte

PRINCIPIO

Interazione dell'analita con la fase stazionaria

Sostanze simili al materiale della colonna interagiscono con essa e vengono rallentate, sostanze dissimili non interagiscono e fluiscono alla stessa velocità dell'eluente



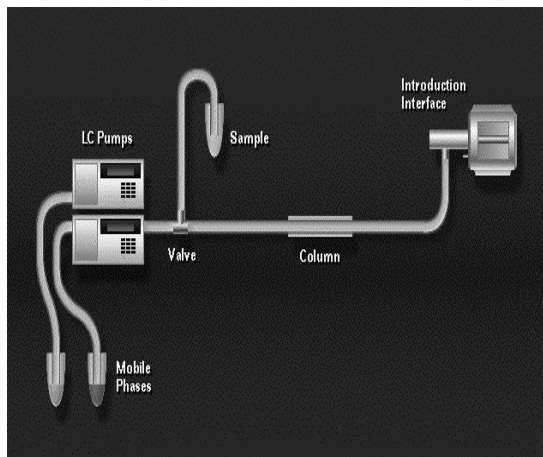
HPLC

Il campione viene sciolto nella fase mobile e iniettato in testa alla colonna

Si eluisce il campione utilizzando come fase mobile un liquido o una miscela di liquidi

PRINCIPIO

Interazione dell'analita sia con la fase mobile che con la fase stazionaria

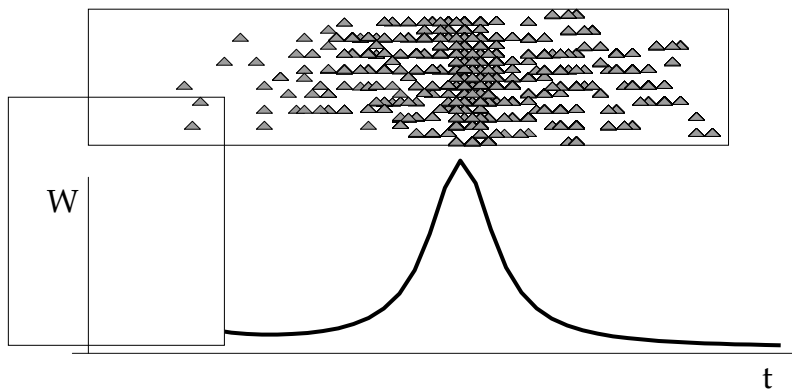


RIVELAZIONE

Laboratorio per il
Controllo della Qualità
degli Alimenti



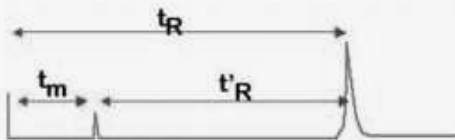
Le sostanze escono dalla colonna e giungono ad un detector che produce solitamente una variazione di segnale elettrico proporzionale all'ammontare della sostanza



Retention time

Retention time - t_R - time elapsed from point of injection to maximum of peak.

Adjusted t_R - t'_R - time from maximum of unretained peak to maximum of eluent.

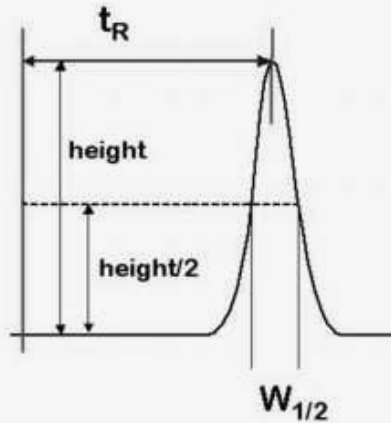


Hold up time - t_M - time required for mobile phase to traverse the column.

Determination of N

We can measure the width at half height.

This insures that we are well above background and away from any detector sensitivity limit problems.



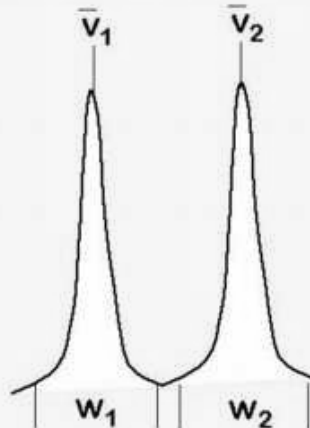
Resolution

$$R_s = \frac{\bar{v}_2 - \bar{v}_1}{(w_2 + w_1)/2}$$

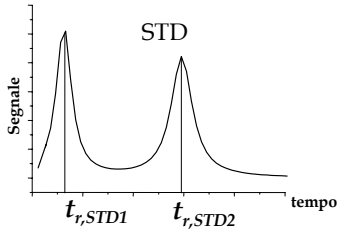
since $w = 4\bar{v} / N^{1/2}$

$$R_s = \frac{\sqrt{N}}{2} \frac{\bar{v}_2 - \bar{v}_1}{\bar{v}_2 + \bar{v}_1}$$

Note: times or any representative unit can be used in place of v and w terms.



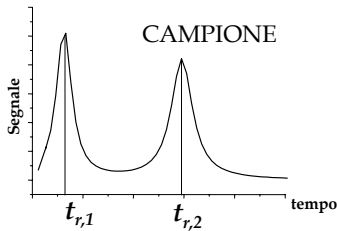
DETERMINAZIONE QUALI-QUANTITATIVA



QUALITATIVA
1 e STD1 sono uguali



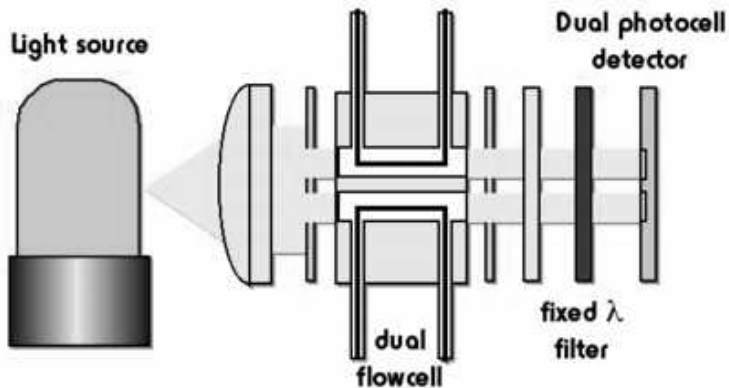
$$t_{r1} = t_{r,STD1}$$



QUANTITATIVA

$$\frac{A_1}{C_1} = \frac{A_{STD}}{C_{STD}} \Rightarrow C_1 = \frac{A_1}{A_{STD}} \times C_{STD}$$

UV/Vis detector - filter type



If the filter is replaced by a monochromator, you end up with a variable wavelength UV/Vis system

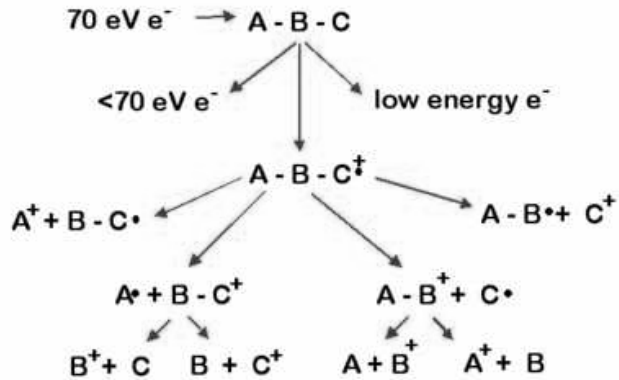
ANALISI DI MASSA

Laboratorio per il
Controllo della Qualità
degli Alimenti



UNIVERSITÀ
DELLA
CALABRIA

Electron impact process

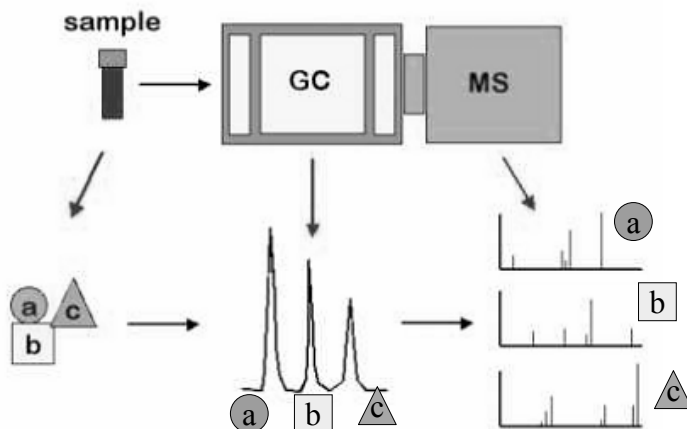


CROMATOGRAFIA + MASSA

Laboratorio per il
Controllo della Qualità
degli Alimenti



UNIVERSITÀ
DELLA
CALABRIA



APPLICAZIONI

Laboratorio per il
Controllo della Qualità
degli Alimenti



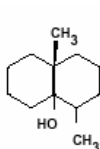
- RESIDUI
(Pesticidi, ormoni, farmaci, tossine)
- SOSTANZE VOLATILI
(aromi, additivi)
- COMPOSIZIONE
(aminoacidi, acidi grassi, vitamine)
- CONTAMINANTI
(PCB, diossine, IPA)

ODORI IN ACQUA

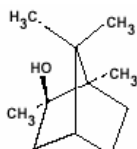
Laboratorio per il
Controllo della Qualità
degli Alimenti



Determinazione di sostanze odorose in acqua potabile
via HS/SPME e GC/MS



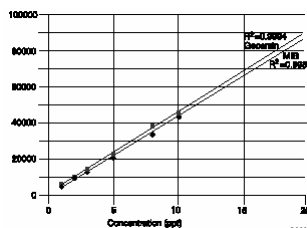
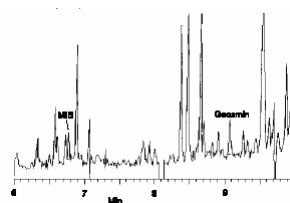
Geosmin



Methylisoborneol

sottoprodotti di alghe

10 ppt !

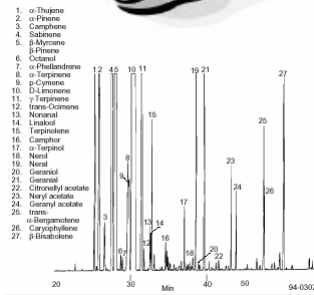
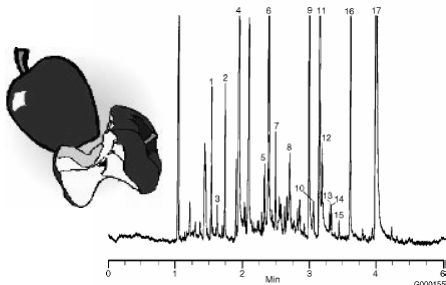


CARATTERIZZAZIONE



Caratterizzazione di composti aromatici via GC/MS

- | | | | |
|----|------------------------------|-----|------------------------------|
| 1. | 2-metil-butanol | 10. | p-metossiallilbenzene |
| 2. | Butil acetato | 11. | Esil-2-metil butanoato |
| 3. | Esanolo | 12. | 3-metilbutil esanoato |
| 4. | 2-metil butil acetato | 13. | Pentil esanoato |
| 5. | Metilpropilbutanoato | 14. | 2-pentil esanoato |
| 6. | Esil acetato | 15. | 2-isopropil-2-metilbutanoato |
| 7. | Butil-2-metilbutanoato | 16. | Esil esanoato |
| 8. | Pentilbutanoato | 17. | α -farnesene |
| 9. | Butil esanoato/esilbutanoato | | |



LATTE



L'esposizione ai raggi UV degli acidi grassi insaturi può portare a rottura del doppio legame.

I prodotti risultanti sono facilmente ossidati a aldeidi, che producono una profumazione indesiderata

