

Protocolo HS-SPME/GC-MS - Vinhos

MATERIAIS NECESSÁRIOS:

- 1) Fibra de captura SPME.
- 2) Holder para a fibra.
- 3) Bequer cheio com água da torneira, para banho maria, 600-800mL de volume.
- 4) Vial de vidro(20-30mL) com **tampa de teflon**, para captura.
- 5) NaCl, 3g por captura.
- 6) Padrão Interno.
- 7) Agitador magnético com aquecimento.
- 8) Termômetro.
- 9) GC/MS, GC/FID(Recondicionamento da fibra)

PROCEDIMENTOS:

Recondicionar a fibra antes de qualquer captura!

1. Encher o béquer com água da torneira
2. Esquentar o béquer no agitador magnético(utilizar “peixinho”), aproximadamente 30C.
3. Adicionar o NaCl no vial de vidro com tampa de teflon
4. Adicionar a amostra, 10mL para vial de 30mL.
5. Adicionar padrão.
6. Adicionar o peixinho no vial (importante)

7. Posicionar o metade do vial com a amostra no centro e no meio do béquer com água.
8. Deixar sobre agitação por 30 minutos.
9. Posicionar holder sobre o vial, e expor a fibra de captura no *Headspace* do vial (porção superior do vial sem amostra líquida onde se concentram as moléculas voláteis.)
10. Deixar fibra exposta por 30 minutos sobre constante agitação e temperatura.
11. Retrair a fibra e retirar o holder do vial.
12. Inserir holder no injetor manual do GC/MS e expor a fibra por aproximadamente 8 minutos.
13. Retrair a fibra, retirar o holder do injetor manual do GC/MS e inseri-lo no GC/FID para o condicionamento

OBS: As fibras são muito sensíveis, deve-se estar atento para SEMPRE retraindo a fibra para dentro do holder antes de retirar o mesmo do vial/cromatógrafo.

CROMATOGRAFIA:

- Para o GC/MS o arquivo com a programação otimizada se chama ***vinho.met***
- Para o GC/FID o arquivo com a programação otimizada para o condicionamento se chama ***condicionamento.gcd***

OBS: Esse protocolo foi otimizado para a captura de aromas de vinhos no GC/MS SHIMADZU QP-500, amostras de outra natureza, devem ter seus parâmetros de captura e análise revisados e otimizados.

