

Analyse des spiritueux distillés à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Agilent 8890

Auteur

Brent Casper
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, USA.

Résumé

L'analyse des spiritueux distillés par chromatographie en phase gazeuse (GC) est une application complexe en raison de la forte teneur en eau de la matrice d'échantillon. L'eau contenue dans les échantillons raccourcit la durée de vie de la colonne GC et requiert une maintenance continue de l'injecteur et de la colonne. Cette note d'application démontre la capacité du GC Agilent 8890 équipé d'une colonne DB-WAX UI Agilent J&W à réaliser avec précision des analyses répétées de spiritueux.

Introduction

La consommation du bourbon ne cesse d'augmenter ces dernières années. Afin de satisfaire cette demande croissante, les distilleries ont connu un développement spectaculaire à travers les États-Unis. Cette augmentation de la production de bourbon a créé un besoin pour des analyses rapides et reproductibles des spiritueux.

Les analyses traditionnelles de spiritueux distillés par GC sont difficiles en raison de leur forte teneur en eau (entre 40 et 80 %)¹. L'analyse d'un échantillon ayant une teneur en eau aussi élevée requiert habituellement une préparation d'échantillon intensive ou l'utilisation de la chromatographie en phase liquide (LC)². Lorsque les spiritueux sont analysés par GC, une colonne polaire de polyéthylène glycol (PEG) est généralement utilisée pour la séparation. Les colonnes PEG polaires ont tendance à se dégrader suite aux injections répétées d'échantillons avec des matrices à forte teneur en alcool/eau. Par conséquent, elles requièrent une maintenance fréquente de l'injecteur ou de la colonne, voire des deux³.

Cette note d'application démontre l'utilisation d'une colonne GC DB-WAX UI Agilent J&W avec un GC 8890 pour l'analyse des spiritueux. La procédure de travail impliquait des injections répétées de bourbon pur. Elle a permis de démontrer la capacité de cet instrument à analyser des échantillons complexes avec des matrices difficiles sans décalage des temps de rétention et en maintenant la précision des aires de pics.

Données expérimentales

Échantillons test

Le bourbon Woodford Reserve Distiller's Select a été acheté auprès d'un commerce de spiritueux local. Chaque échantillon de bourbon a été transféré dans un flacon de 2 mL pour passeur automatique d'échantillons avec un insert de flacon de 250 µL puis injecté pur dans le GC.

Tableau 1. Conditions de la méthode de GC.

Paramètres de la méthode	
Chromatographe en phase gazeuse	GC série 8890
Logiciel	OpenLAB CDS 2.2
Injecteur automatique d'échantillons liquides	Injecteur automatique d'échantillons liquides Agilent série 7693A (injection de 1 µL)
Injecteur (split/splitless)	250 °C, division 50/1
Colonne	DB-WAX UI Agilent J&W (réf. 122-7032UI)
Débit de la colonne	2,0 mL/min (débit constant)
Four	40 °C (palier de 4 minutes), 5 °C/min jusqu'à 100 °C (sans palier), 10 °C/min jusqu'à 200 °C (sans palier) Durée de la méthode : 26 minutes
FID	250 °C 400 mL/min air 30 mL/min hydrogène 25 mL/min azote

Tableau 2. Liste des consommables Agilent utilisés.

Consommables	Référence
Capsules à visser avec septa	5185-5820
Flacons à visser de 2 mL	5182-0716
Insert de flacon (250 µL)	5181-8872
Seringue pour ALS, bleue, 10 µL, piston à embout PTFE	G4513-80203
Septa inertes, Advanced Green	5183-4759
Joint torique pour insert d'injecteur, antiadhésif	5188-5365
Insert inerte, ultra inerte, faible perte de charge	5190-2295
Colonne DB-WAX Ultra Inert Agilent J&W, 30 m × 0,25 mm, 0,25 µm	122-7032UI
Colonne DB-WAX Ultra Inert Agilent J&W, 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm	121-7022UI

Instrument

L'analyse du bourbon a été réalisée sur un GC 8890 avec un détecteur à ionisation de flamme (FID). Un injecteur split/splitless a été utilisé en mode split. Le gaz vecteur était de l'hélium en mode débit constant. Le Tableau 1 contient le détail des paramètres de la méthode et le Tableau 2 présente une liste des consommables utilisés.

Résultats et discussion

La Figure 1 présente un exemple de chromatogramme obtenu pour l'analyse de bourbon Woodford Reserve pur par GC/FID. En raison de la forte teneur en éthanol de l'échantillon (45 %), le pic d'éthanol (le pic 3) est beaucoup plus intense que ceux des composants secondaires. L'utilisation de la colonne DB-WAX UI Agilent J&W offre une excellente forme de pic pour les autres composés d'intérêt. Ils comprennent des alcools, des esters et

des acides organiques présents à des concentrations très inférieures. Ces composants secondaires du bourbon contribuent à la richesse du bouquet d'arômes présents dans ce spiritueux¹.

La diversité des composés d'intérêt présents dans le bourbon requiert l'utilisation d'un circuit analytique inerte lors de la réalisation d'analyses répétées. La colonne DB-WAX UI Agilent J&W permet d'analyser de multiples injections de bourbon pur sans requérir de maintenance de colonne répétée.

Une étude de stabilité a été menée avec des injections répétées de bourbon. La Figure 2 représente l'empilement des chromatogrammes FID de la 1^{ère} et de la 400^e injection d'échantillon de bourbon. Elle démontre que la stabilité des temps de rétention et la forme des pics restent constantes durant les 400 injections. Cela démontre la robustesse du GC 8890 et de la colonne DB-WAX UI Agilent J&W. Certains composés difficiles pour les séparations chromatographiques comme l'acide acétique (le pic 7) ont présenté une légère traînée de pic après 400 injections répétées.

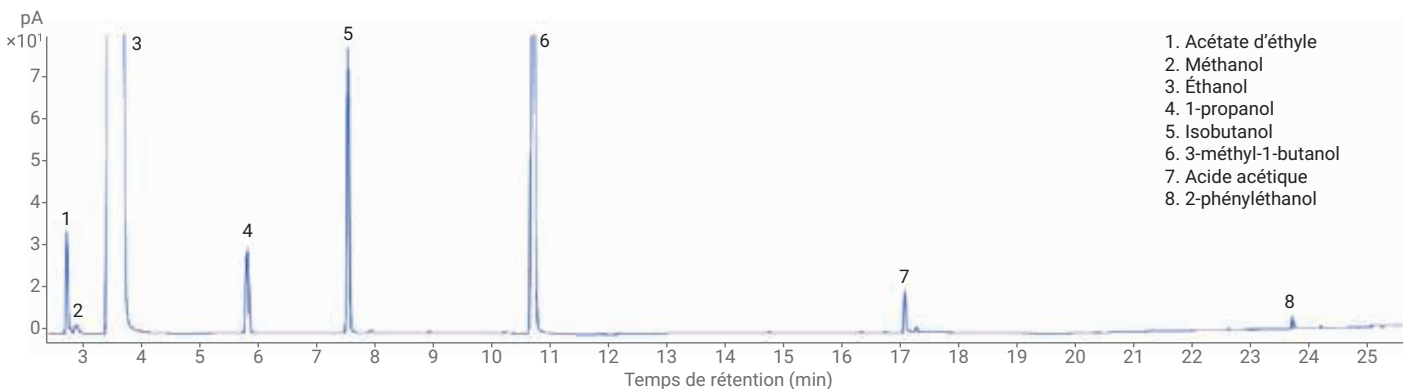


Figure 1. Exemple de chromatogramme obtenu pour l'analyse de bourbon Woodford Reserve Distiller's Select.

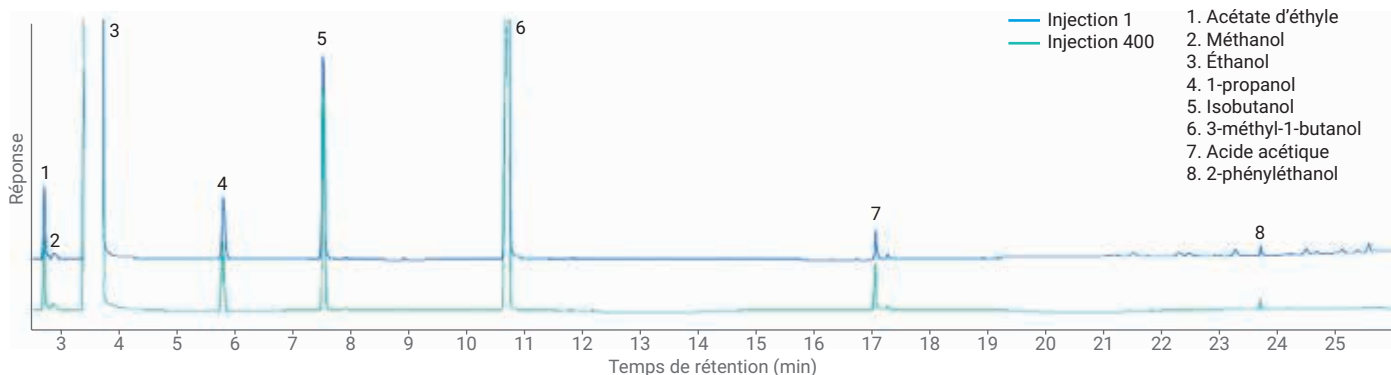


Figure 2. Exemple d'empilement de la 1^{ère} et de la 400^e injection de bourbon Woodford Reserve Distiller's Select.

Une autre série d'expériences avait pour objectif d'augmenter la cadence d'analyse en réduisant le temps d'analyse requis pour la séparation des spiritueux par GC. Deux approches ont été étudiées pour diminuer le temps d'analyse. Dans la première approche, une colonne avec un diamètre interne (d.i.) plus petit et une phase stationnaire équivalente a été installée. Dans la seconde, l'hydrogène a été utilisé comme gaz vecteur. Le Tableau 3 présente les paramètres de la méthode utilisés avec la colonne de d.i. inférieur avec l'hélium et l'hydrogène comme gaz vecteur. Le convertisseur de méthodes a été utilisé pour faciliter le

transfert de la méthode d'une colonne de 30 m × 0,25 mm, 0,25 µm, vers une colonne de 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm.

La Figure 3 présente les résultats de l'analyse de bourbon Woodford Reserve sur la colonne de d.i. inférieur (0,18 mm) avec l'hélium comme gaz vecteur. Le temps d'analyse, qui était de 26 minutes précédemment, a pu être réduit à 19 minutes avec la colonne de d.i. inférieur. Des formes de pics satisfaisantes pour les composés d'intérêt ont été obtenues en dépit de la diminution du temps d'analyse. Dans la Figure 3, le pic 7 d'acide organique en constitue une illustration.

L'utilisation d'hydrogène au lieu de l'hélium comme gaz vecteur a permis de réduire davantage le temps d'analyse des spiritueux en le ramenant à 12,8 minutes. La Figure 4 représente le chromatogramme obtenu à l'aide de la colonne de 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm, avec de l'hydrogène comme gaz vecteur. L'utilisation d'hydrogène comme gaz vecteur et d'une colonne de d.i. inférieur permet de diminuer le temps d'analyse à la moitié (de 26 à 13 minutes) de sa durée initiale (Figure 1), tout en maintenant la forme de pic des composés d'intérêts.

Tableau 3. Conditions de la méthode pour l'analyse avec la colonne de 0,180 mm de d.i.

	Hélium comme gaz vecteur	Hydrogène comme gaz vecteur
Injecteur (split/splitless)	250 °C, division 200/1	250 °C, division 200/1
Colonne	DB-WAX UI Agilent J&W (réf. 121-7022UI)	DB-WAX UI Agilent J&W (réf. 121-7022UI)
Débit de la colonne	1,0 mL/min (débit constant)	1,2 mL/min (débit constant)
Four	40 °C (palier de 4 minutes), 8,8 °C/min jusqu'à 100 °C (sans palier), 17 °C/min jusqu'à 200 °C (palier de 2,3 minutes) Durée de la méthode : 19,01 minutes	40 °C (palier de 2,67 minutes), 13 °C/min jusqu'à 100 °C (sans palier), 25 °C/min jusqu'à 200 °C (palier de 1,54 minute) Durée de la méthode : 12,83 minutes
FID	250 °C 400 mL/min air 30 mL/min hydrogène 25 mL/min azote	250 °C 400 mL/min air 30 mL/min hydrogène 25 mL/min azote

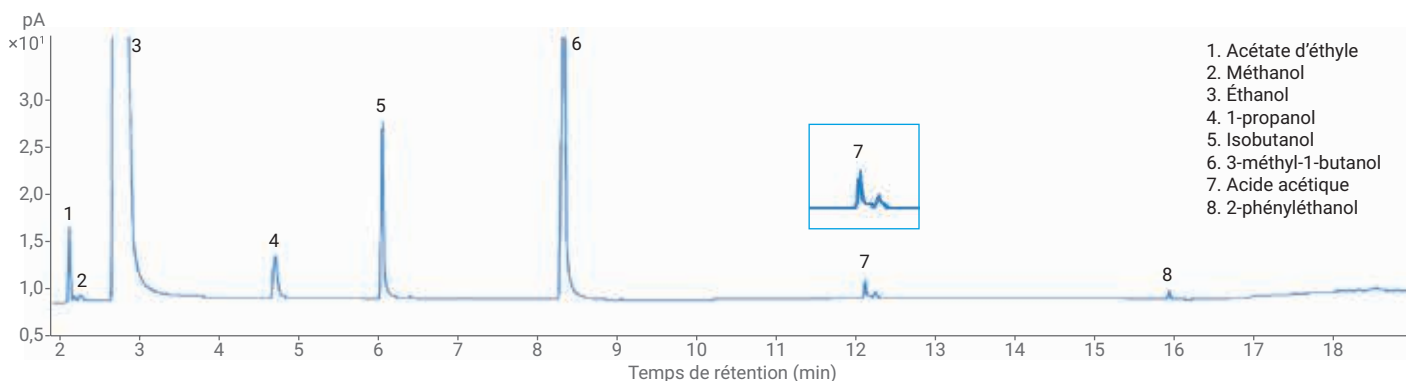


Figure 3. Analyse de bourbon Woodford Reserve sur une colonne de 0,180 mm de d.i. avec l'hélium comme gaz vecteur.

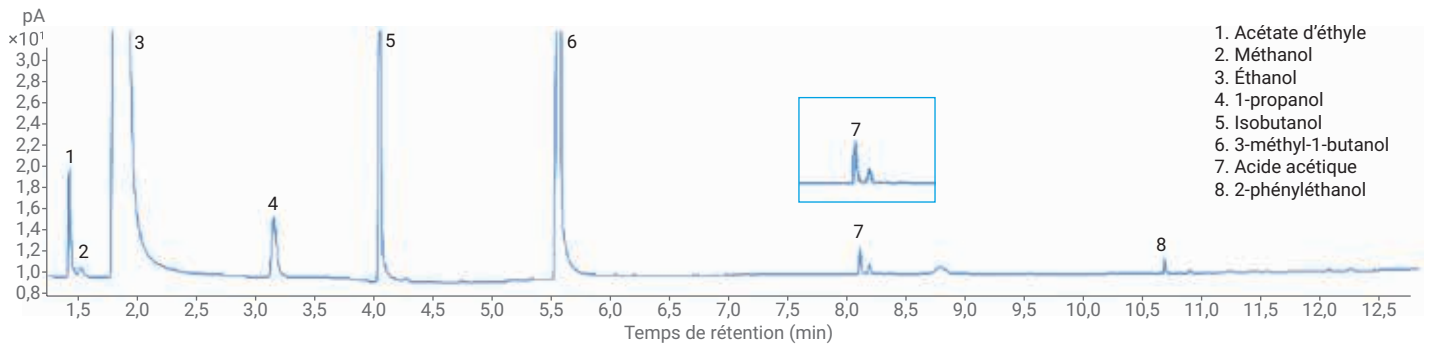


Figure 4. Analyse de bourbon Woodford Reserve sur une colonne de 0,180 mm de d.i. avec l'hydrogène comme gaz vecteur.

Conclusion

L'analyse des échantillons aqueux, comme les spiritueux distillés, pose un défi unique à la GC. Le GC 8890 équipé d'une colonne DB-WAX UI Agilent J&W démontre la capacité d'un circuit analytique inerte à fournir des résultats reproductibles sur une série de 400 injections d'échantillons aqueux. Il est également possible d'apporter quelques modifications simples avec le transfert de méthodes et une colonne de d.i. inférieur pour réduire le temps d'analyse et accélérer la cadence d'analyse.

Références

1. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column. *Note d'application d'Agilent Technologies*, numéro de publication 5991-6638EN (2016)
2. Ng, L.; Lafontaine, P.; Harnois, J. Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of Acids and Phenols in Distilled Alcohol Beverages. Application of Anion-Exchange Disk Extraction Combined with In-Vial Solution and Silylation, *J. Chromatogr. A* **2000**, *873(1)*, 29–38.
3. MacNamara, K.; Lee, M.; Robbat Jr., A. Rapid Gas Chromatographic Analysis of Less Abundant Compounds in Distilled Spirits by Direct Injection with Ethanol-Water Venting and Mass Spectrometric Data Deconvolution. *J. Chromatogr. A* **2010**, *1217(1)*, 136-142.
4. Fitzgerald, G.; *et al.* Characterization of Whiskeys Using Solid-Phase Microextraction with Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *J. Chromatogr. A* **2000**, *896(1–2)*, 351–359.

www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Imprimé aux États-Unis, le 7 décembre 2018
5994-0487FR