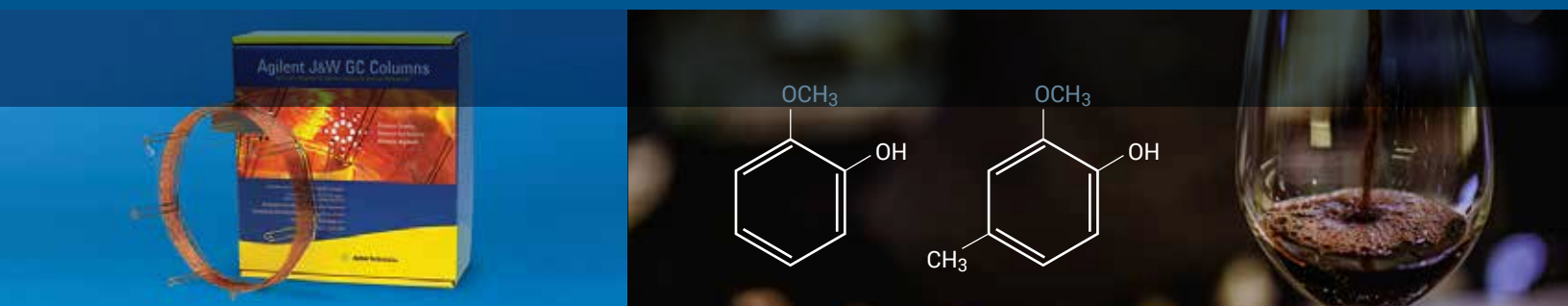


Analyse freier flüchtiger Phenole in durch Rauch belasteten Weinen mittels GC/MS

Leitfaden für die Bestellung von Verbrauchsmaterialien für den Arbeitsablauf



Durch die Zunahme von Flächenbränden in verschiedenen Regionen auf der ganzen Welt machen sich Winzer und Weingüter weiterhin Sorgen darüber, dass der Einfluss von Rauch auf die Trauben Fehltöne in ihren Weinen verursacht.

Guajakol und 4-Methylguajakol wurden als die hauptsächlichsten flüchtigen Aromastoffe identifiziert, die zu unerwünschten Eigenschaften durch den Einfluss von Rauch beitragen. Während die Alterung des Weins in Eichenfässern auch zur Konzentration von Guajakol und 4-Methylguajakol beitragen kann, unterscheidet sich das Verhältnis dieser zwei Verbindungen in durch Rauch belasteten Beeren. Während der Aromabeitrag der Eichenfässer als Aromenoten von Rauch und Holzkohle wahrgenommen wird, erinnert der Einfluss von Rauch an Lagerfeuer und Aschenbecher, was in Wein unerwünscht ist.

Die Nachweisgrenzen für die Analyse von Verbindungen, die durch den Einfluss von Rauch auftreten, müssen empfindlich genug sein, um diese Verbindungen in einer Konzentration von unter 1 ppb nachzuweisen. Daher wird in GC/MS-Analysen gewöhnlich das Single Ion Monitoring (SIM) oder das Multiple Reaction Monitoring (MRM) verwendet.

Die direkte Analyse der Weine kann aufgrund der höheren Retention der Zucker, organischen Säuren und anderer aromatischer Verbindungen eine Herausforderung sein. Um die Extraktion und Analyse dieser flüchtigen Verbindungen zu vereinfachen, wurde die Festphasenmikroextraktion (SPME) zur Extraktionsmethode der Wahl. Ihre Popularität gründet sich auf folgende Vorteile:

- Einfachheit der Durchführung
- Eignung zur Automatisierung
- Reduzierte Verwendung organischer Lösemittel und
- Direkte Thermodesorption in den Gaschromatographen

Die Agilent SPME-GC/MS/MS-Methode zur Analyse flüchtiger Phenole in ihrer freien Form im Zusammenhang mit dem Einfluss durch Rauch ermöglicht deren zuverlässige Identifizierung und Quantifizierung.¹



Tabelle 1: SPME-Headspace-Parameter.

Parameter	Einstellung
Zeit vor der Desorption	3 min
Temperatur vor der Desorption	250 °C
Inkubationszeit	5 min
Geschwindigkeit des Heatex Rührers	1000 U/min
Temperatur des Heatex Rührers	40 °C
Probenextraktionszeit	10 min
Probendesorptionszeit	3 min

Tabelle 2: Einstellungen am Agilent 8890 GC.

Parameter	Einstellung
Einlass-Liner	Agilent Ultra Inert Einlass-Liner, splitlos, gerade, 0,75 mm ID, empfohlen für SPME-Injektionen (Best.-Nr. 5190-4048)
Injektionsmodus, Temperatur	Splitless, 250 °C
Steuerungsmodus	Konstanter Fluss (1,2 ml/min)
Säule	Agilent J&W DB-HeavyWAX GC-Säule, 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm (Best.-Nr. 122-7132)
Temperaturprogramm Ofen	120 °C (Verweilzeit 1 min); 10 °C/min bis 250 °C (Verweilzeit 0 min); 60 °C/min bis 280 °C (Verweilzeit 0 min)

Tabelle 3: Bedingungen am Agilent 7000D Triple Quadrupol-GC/MS.

Parameter	Einstellung
Übertragungsleitung	280 °C
Datenerfassungsmodus	Dynamisches MRM
Solvent Delay	3,0 min
Tuning-Datei	Atune.eiex
Gain	10
Temperatur der MS-Quelle	280 °C
MS-Quadrupoltemperatur	150 °C

Die Wahl zwischen einer Agilent SPME-Faser oder einem SPME-Pfeil (Abbildung 1) ist eine häufig auftretende Applikationsfrage.

Bei einem Vergleich von Agilent SPME-Pfeil und SPME-Faser, die beide die gleiche SPME-Phase (DVB/Kohlenstoff WR/PDMS) enthalten, zeigte sich, dass der SPME-Pfeil eine größere Extraktionseffizienz als die SPME-Faser besitzt (Abbildung 2).² Bei der Verwendung des SPME-Pfeils war die Response für Guajakol vier Mal höher und für 4-Methylguajakol sieben Mal höher als bei der Verwendung der entsprechenden SPME-Faser.

Darüber hinaus ermöglichte die pfeilförmige Spitze einen problemlosen Einstich in die Probenflasche sowie in das Septum des Injektors und im Gegensatz zu herkömmlichen SPME-Fasern schützte das Design des SPME-Pfeils das Sorptionsmaterial vollständig und sorgte für eine Minimierung negativer Einflüsse auf und den Verlust von Analyten während der Übertragungsprozesse.

Um die Konzentration flüchtiger Komponenten im Headspace zu maximieren, erwägen Sie die Zugabe von Salz zur Probenmatrix, um den Verteilungskoeffizienten (K) für einige Zielanalyten zu senken. Bei der Zugabe von 4 g NaCl wurde eine höhere Response für durch Raucheinwirkung entstandene flüchtige Substanzen beobachtet (Abbildung 3).³

Literatur

1. Analysis of Free Volatile Phenols in Smoke-Impacted Wines by SPME. [5994-3161](#)
2. Response Comparison of Agilent SPME Arrows and Agilent SPME Fibers with DVB/Carbon WR/PDMS Phase for Free Volatile Phenols [5994-3160EN](#)
3. Use of Salt to Increase Analyte Concentration in SPME Headspace Applications, [5994-3159EN](#)



Abbildung 1: Vergleich der Oberflächen und Volumina der Sorptionsphase für SPME-Pfeile und SPME-Fasern.

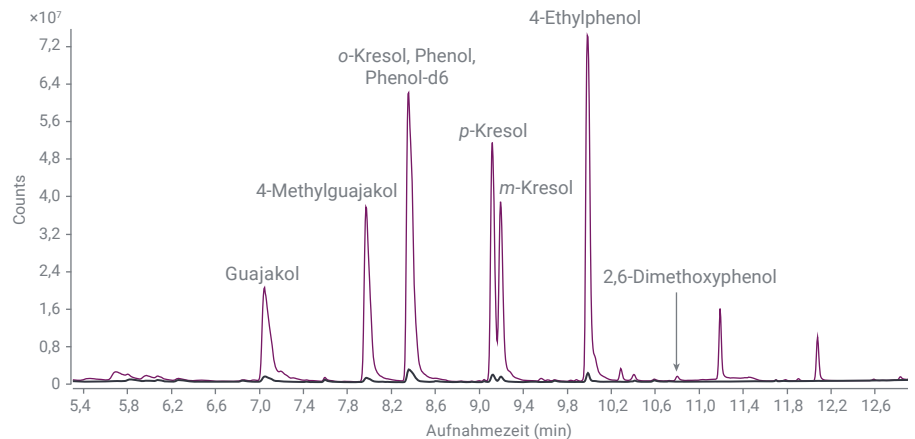


Abbildung 2: Totalionen-Chromatogramm-Scan von durch Raucheinwirkung entstandenen Verbindungen in einer Konzentration von 50 ppb, extrahiert mit der Agilent SPME-Faser DVB/C-WR/PDMS/10 (Best.-Nr. 5191-5874, schwarze Kurve) und mit dem Agilent SPME-Pfeil, DVB/Kohlenstoff WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (Best.-Nr. 5191-5861, violette Kurve).

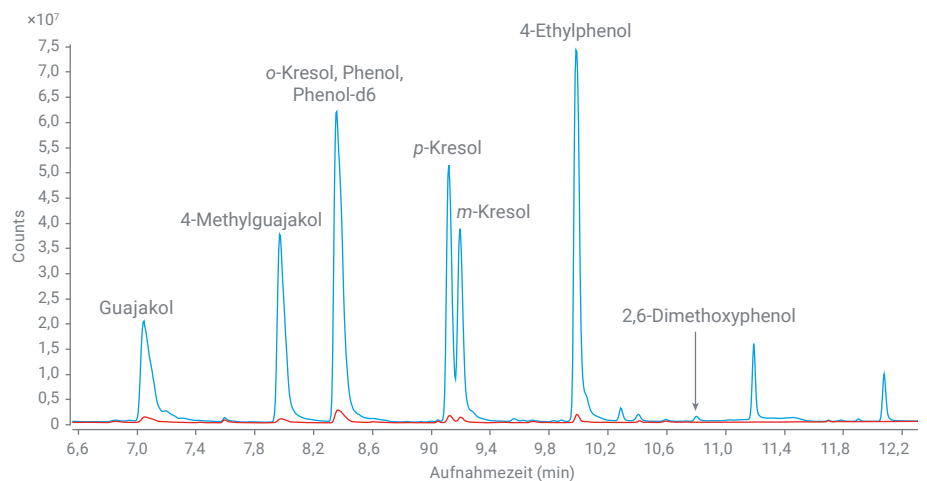


Abbildung 3: Totalionen-Chromatogramm-Scan von durch Raucheinwirkung entstandenen Verbindungen in einer Konzentration von 50 ppb, extrahiert mit dem Agilent SPME-Pfeil, DVB/Kohlenstoff WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (Best.-Nr. 5191-5861). Die rote Kurve zeigt Standards, die ohne Salz analysiert wurden, die blaue Kurve zeigt Standards, die mit Zugabe von 4 g NaCl analysiert wurden.

Bestellinformationen

Diese Anleitung enthält Empfehlungen für Agilent-Produkte, die in dieser Analyse verwendet wurden, sodass Sie schnell finden, wonach Sie suchen. Klicken Sie auf die Links MeineListe* im folgenden Tabellenkopf, um Artikel der Tabelle Ihrer Liste „Produktfavoriten“ im Agilent Online Store hinzuzufügen. Geben Sie dann die Menge der benötigten Produkte ein. Ihre Liste bleibt unter „Produktfavoriten“ für Sie zur Verwendung bei künftigen Bestellungen erhalten.

MeineListe an Säulen und Zubehör für die Analyse freier flüchtiger Phenole in durch Rauch belasteten Weinen

Beschreibung	Best.-Nr.
Probenvorbereitung	
Agilent SPME-Pfeil DVB/Kohlenstoff WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (empfohlen)	5191-5861
Agilent SPME-Faser DVB/C-WR/PDMS/10	5191-5874
Standards	
Rauch-Standard [†] Lösung in Methanol, 10 µg/ml, 1 ml	CUS-00004677 [†]
Interner Standard [§] in Methanol, 10 µg/ml, 1 ml	CUS-00004678 [†]
InfinityLab Reinstwasser, für LC/MS	5191-4498
GC-Säulen	
Agilent J&W DB-HeavyWAX GC-Säule, 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm	122-7132
GC-Zubehör und -Verbrauchsmaterialien	
Agilent Ultra Inert Einlass-Liner, splitlos, gerade, 0,75 mm ID, empfohlen für SPME-Injektionen	5190-4048
Einlass-Septa, Advanced Green, nicht klebend, 11 mm, 50 St.	5183-4759
Ultra Inert-Golddichtung mit Unterlegscheibe, 1 St.	5190-6144
Selbstsichernde Säulenmutter, mit Schraubfixierung, Einlass	G3440-81011
Selbstsichernde Säulenmutter, mit Schraubfixierung, MSD	G3440-81013
Ferrulen, 15 % Graphit/85 % Vespel, 0,4 mm ID, 10 St.	5181-3323
Probenflaschen und Verschlüsse	
20-ml-Headspace-Probenflaschen, braun, Schraubverschluss, 18-mm-Verschluss, 100 St.	5188-6537
Headspace-Schraubverschluss, Septa aus PTFE/Silikon, 18 mm, 100 St.	5188-2759
MS-Zubehör und -Verbrauchsmaterialien	
EI-Filament (für 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extraktor, inert oder Edelstahl und 5975 Systeme)	G7005-60061
High Efficiency Source-Filament für Agilent 7010 Triple Quadrupol-GC/MS	G7002-60001
Gasfilter	
Gas Clean Trägergas-Kit für Agilent 7890	CP17988
Gas Clean Trägergas-Kit für Agilent 8890 und 8860 GC-Systeme	CP179880
Gas Clean Ersatzkartusche für Trägergas-Gasreiniger	CP17973



* Wenn Sie den Agilent Online Store zum ersten Mal benutzen, werden Sie zur Eingabe Ihrer E-Mail-Adresse aufgefordert, um das Kundenkonto zu bestätigen. Sollten Sie kein Konto bei Agilent registriert haben, müssen Sie dies zunächst unter www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos tun. Diese Funktion ist nur in Regionen verfügbar, in denen E-Commerce möglich ist. Alle Artikel können auch über die üblichen Verkaufs- und Vertriebskanäle bestellt werden.

[†] Zur Bestellung dieser Standards mit kundenspezifischen Bestellnummern besuchen Sie bitte www.agilent.com/chem/standards. Die Standards sind unter Umständen in einigen Ländern nicht erhältlich.

[‡] Enthält: 2,4-Dimethylphenol (CAS-Nr. 105-67-9), 3,5-Dimethylphenol (CAS-Nr. 108-68-9), 4-Ethylguajakol (CAS-Nr. 2785-89-9), Kreosol (2-Methoxy-4-methylphenol) (CAS-Nr. 93-51-6), Eugenol (CAS-Nr. 97-53-0), Guajakol (CAS-Nr. 90-05-1), m-Kresol (CAS-Nr. 108-39-4), o-Kresol (CAS-Nr. 95-48-7), o-Ethylphenol (CAS-Nr. 90-00-6), p-Kresol (CAS-Nr. 106-44-5), Phenol (CAS-Nr. 108-95-2), 4-Ethylphenol (CAS-Nr. 123-07-9), 4-Ethyl-p-xylolenol (CAS-Nr. 95-87-4), Syringol (CAS-Nr. 91-10-1), 2,6-Dimethoxy-4-methylphenol (CAS-Nr. 6638-05-7).

[§] Enthält: Phenol-d6 (CAS-Nr. 13127-88-3), Guajakol-d3 (CAS-Nr. 74495-69-5).

Agilent CrossLab: Echte Erkenntnisse, echte Ergebnisse

Agilent CrossLab geht über die Geräte hinaus und bietet Ihnen Services, Verbrauchsmaterialien und laborweites Ressourcenmanagement. Damit kann Ihr Labor die Effizienz steigern, den Betrieb optimieren, die Betriebszeit der Geräte erhöhen, die Anwenderfähigkeiten verbessern und mehr.

Erfahren Sie mehr über Agilent CrossLab und sehen Sie sich an, wie Erkenntnisse zu optimalen Ergebnissen führen: www.agilent.com/crosslab

Deutschland

0800-603 1000

CustomerCare_Germany@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asien und Pazifik

inquiry_lsca@agilent.com

DE44343.4587962963

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Veröffentlicht in den USA, 22. Juni 2021
5994-3644DEE