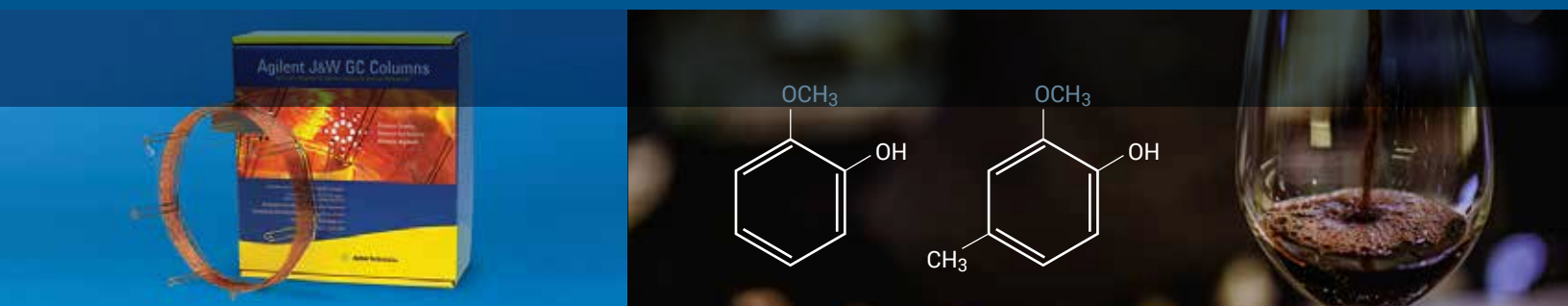


# Análisis mediante GC/MS de fenoles volátiles libres en vinos afectados por el humo

Guía de pedidos para el flujo de trabajo con consumibles



Con el aumento de los incendios forestales en diversas regiones del mundo, muchos viticultores y bodegas siguen preocupados por el efecto del humo en las uvas, puesto que provoca malos aromas en sus vinos.

El guaiacol y el 4-metil guaiacol han sido identificados como los principales aromáticos volátiles que contribuyen a la característica indeseable del efecto del humo. Aunque el envejecimiento del vino en barricas de roble también puede contribuir a la concentración de guaiacol y 4-metil guaiacol, la proporción de estos dos compuestos difiere en las uvas afectadas por el humo. Aunque el aroma que aportan las barricas de roble se percibe como humo y carbón, el efecto del humo recuerda más a las hogueras y ceniceros, lo que no es deseable en el vino.

Los límites de detección para el análisis de los compuestos afectados por el humo deben ser lo suficientemente sensibles como para detectarlos por debajo de 1 ppb, razón por la que en los análisis GC/MS se utiliza habitualmente la monitorización selectiva de iones (SIM) o la monitorización de reacciones múltiples (MRM).

El análisis directo del vino puede ser todo un desafío debido a los azúcares, ácidos orgánicos y otros compuestos aromáticos con mayores retenciones. Para simplificar la extracción y el análisis de estos compuestos volátiles, las microextracciones en fase sólida (SPME, por sus siglas en inglés) se han convertido en el método de extracción preferido. Su popularidad se debe a las características siguientes:

- simplicidad operativa
- idoneidad para la automatización
- reducción del uso de disolventes orgánicos, y
- desorción térmica directa en un cromatógrafo de gases

El método SPME-GC/MS/MS de Agilent para el análisis de fenoles volátiles de forma libre asociados al efecto del humo permite una identificación segura y una cuantificación fiable.<sup>1</sup>



**Tabla 1.** Parámetros de espacio de cabeza de SPME.

Parámetro	Ajuste
Tiempo de pre-desorción	3 min
Temperatura de pre-desorción	250 °C
Tiempo de incubación	5 min
Velocidad del agitador Heatex	1.000 rpm
Temperatura del agitador Heatex	40 °C
Tiempo de extracción de la muestra	10 min
Tiempo de desorción de la muestra	3 min

**Tabla 2.** Configuración del sistema GC Agilent 8890.

Parámetro	Ajuste
Liner de inyección	Liner de inyección Ultra Inert de Agilent, splitless, recto, 0,75 mm de d. i., recomendado para inyecciones de SPME (ref. 5190-4048)
Modo de inyección, temperatura	Splitless, 250 °C
Modo de control	Flujo constante (1,2 ml/min)
Columna	Columna para GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm (ref. 122-7132)
Programa del horno	120 °C (mantener 1 min); 10 °C/min hasta 250 °C (mantener 0 min); 60 °C/min hasta 280 °C (mantener 0 min)

**Tabla 3.** Condiciones de sistema GC/MS de triple cuadrupolo Agilent 7000D.

Parámetro	Ajuste
Línea de transferencia	280 °C
Modo de adquisición	MRM dinámica
Retardo del disolvente	3,0 min
Archivo de sintonización	Atune.eiex
Ganancia	10
Temperatura de la fuente de MS	280 °C
Temperatura del cuadrupolo de MS	150 °C

La elección entre una fibra o una flecha SPME de Agilent (Figura 1) es una cuestión de aplicación común.

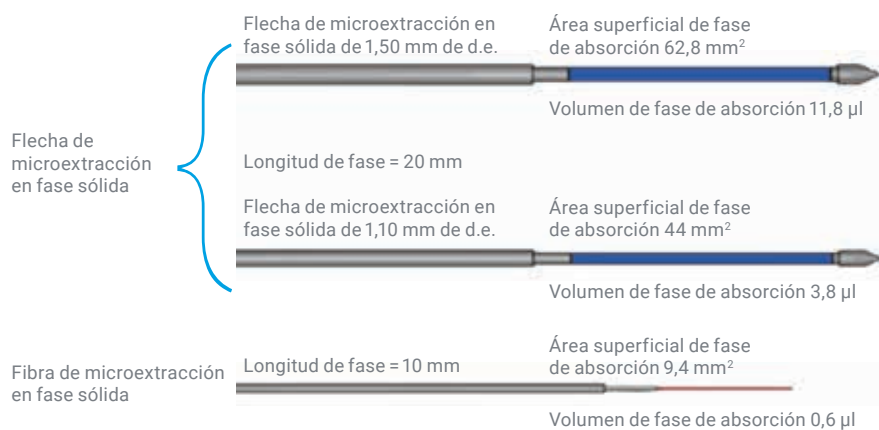
Una comparación entre la flecha y la fibra SPME de Agilent, ambos con la misma fase DVB/carbono WR/PDMS, demostró que la flecha SPME posee una mayor eficiencia de extracción que la fibra SPME (Figura 2).<sup>2</sup> Con la flecha SPME, la respuesta fue cuatro veces mayor para el guaiacol y siete veces mayor para el 4-metil guaiacol que la fibra SPME correspondiente.

Además, la punta en forma de flecha permitió una suave penetración en los séptum del vial y del inyector y, a diferencia de las fibras SPME tradicionales, el diseño de la flecha SPME protegió completamente el material de absorción, minimizando las influencias adversas y la pérdida de analitos durante los procesos de transferencia.

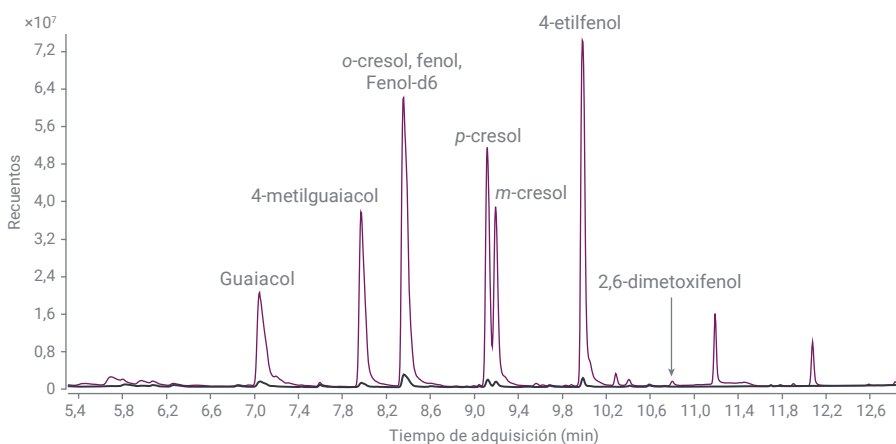
Para maximizar la concentración de componentes volátiles en el espacio de cabeza, considere la posibilidad de añadir sal a la matriz de la muestra para reducir el coeficiente de partición (K) de algunos analitos diana. Se observó una mayor respuesta de los compuestos volátiles del humo con la adición de 4 g de NaCl (Figura 3).<sup>3</sup>

## Referencias

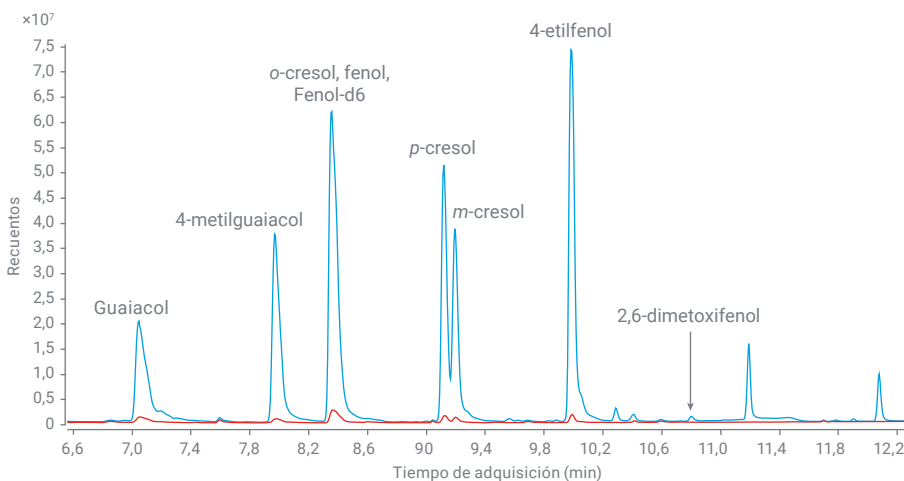
1. Analysis of Free Volatile Phenols in Smoke-Impacted Wines by SPME. [5994-3161](#)
2. Response Comparison of Agilent SPME Arrows and Agilent SPME Fibers with DVB/Carbon WR/PDMS Phase for Free Volatile Phenols [5994-3160EN](#)
3. Use of Salt to Increase Analyte Concentration in SPME Headspace Applications,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



**Figura 1.** Comparaciones de área superficial y volumen de la fase de absorción para las flechas y las fibras SPME.



**Figura 2.** Barrido TIC de compuestos afectados por el humo a 50 ppb extraídos con la fibra SPME de Agilent, DVB/C-WR/PDMS/10 (ref. 5191-5874, trazo negro) y la flecha SPME de Agilent, DVB/carbono WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (ref. 5191-5861, trazo púrpura).



**Figura 3.** Barrido TIC de compuestos afectados por el humo a 50 ppb extraídos con la flecha SPME de Agilent, DVB/carbono WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (ref. 5191-5861, trazo negro). El trazo rojo indica los patrones que se analizaron sin sal y el trazo azul, los que se analizaron con 4 g de NaCl.

## Información para pedidos

En esta guía se ofrecen recomendaciones para productos de Agilent usados en este análisis, de modo que pueda encontrar rápidamente lo que busca. Haga clic en los vínculos Mi lista\* en el encabezado siguiente para añadir los elementos a su lista "Productos favoritos" de la tienda en línea de Agilent. Después, introduzca las cantidades que necesita de cada producto. Su lista permanecerá guardada en "Productos favoritos" para que pueda usarla para futuros pedidos.

### Mi lista de columnas y consumibles para el análisis de fenoles volátiles libres en vinos afectados por el humo

Descripción	Referencia
<b>Preparación de muestras</b>	
Flecha SPME de Agilent, DVB/carbono WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (recomendado)	5191-5861
Fibra SPME de Agilent, DVB/C-WR/PDMS/10	5191-5874
<b>Patrones</b>	
Solución patrón de humo <sup>‡</sup> en MeOH; 10 µg/ml, 1 ml	CUS-00004677 <sup>†</sup>
Patrón interno <sup>§</sup> en MeOH, 10 µg/ml, 1 ml	CUS-00004678 <sup>†</sup>
Agua ultrapura para LC/MS InfinityLab	5191-4498
<b>Columnas para GC</b>	
Columna para GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm	122-7132
<b>Consumibles para GC</b>	
Liner de inyección Ultra Inert de Agilent, splitless, recto, 0,75 mm de d.i., recomendado para inyecciones SPME	5190-4048
Séptum para inyector, verde avanzado, antiadherente, 11 mm, 50/paq.	5183-4759
Sello de oro Ultra Inert con arandela, 1/paq.	5190-6144
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, inyector	G3440-81011
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, MSD	G3440-81013
Férrulas, 15 % grafito/85 % Vespel, 0,4 mm de d.i., 10/paq.	5181-3323
<b>Viales y tapones</b>	
Viales para espacio de cabeza, ámbar, de 20 ml, tapón de rosca, tapón de 18 mm, 100/paq.	5188-6537
Tapón de rosca de espacio de cabeza, séptum PTFE/silicona, 18 mm, 100/paq.	5188-2759
<b>Consumibles para MS</b>	
Filamento EI (para sistemas 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, extractor 5977A extractor, inerte o de acero inoxidable y 5975)	G7005-60061
Filamento HES para el sistema GC/MS 7010 de triple cuadrupolo	G7002-60001
<b>Filtros de gas</b>	
Kit de purificación de gases para gas portador, para sistemas 7890	CP17988
Kit de purificación de gases para gas portador, para sistemas 8890 y 8860	CP179880
Purificador de gas para gas portador, cartucho de repuesto	CP17973



\* Si es la primera vez que utiliza la tienda en línea de Agilent, se le pedirá que introduzca su dirección de correo electrónico para verificar su cuenta. Si no tiene una cuenta registrada de Agilent, tendrá que registrarse en [www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos](http://www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos) para obtener una. Esta función solo es válida en las regiones que tengan habilitado el comercio electrónico. Todos los artículos se pueden pedir también a través de sus canales habituales de venta y distribución.

<sup>†</sup> Para pedir estas referencias estándar personalizadas, visite [www.agilent.com/chem/standards](http://www.agilent.com/chem/standards). Los patrones podrían no estar disponibles en algunos países.

<sup>‡</sup> Contiene: 2,4-dimetilfenol (núm. CAS 105-67-9), 3,5-xilenol (núm. CAS 108-68-9), 4-etilguaiacol (núm. CAS 2785-89-9), creosol (2-metoxi-4-metilfenol) (núm. CAS 93-51-6), eugenol (núm. CAS 97-53-0), guaiacol (núm. CAS 90-05-1), m-cresol (núm. CAS 108-39-4) o-cresol (núm. CAS 95-48-7), o-etilfenol (núm. CAS 90-00-6), p-cresol (núm. CAS 106-44-5), fenol (núm. CAS 108-95-2), 4-etilfenol (núm. CAS 123-07-9), 4-etil-p-xilenol (núm. CAS 95-87-4), siringol (núm. CAS 91-10-1), 2,6-dimetoxi-4-metilfenol (núm. CAS 6638-05-7).

<sup>§</sup> Contiene: fenol-d6 (núm. CAS 13127-88-3), guaiacol-d3 (núm. CAS 74495-69-5).

## Agilent CrossLab: conocimientos reales, resultados reales

Agilent CrossLab va más allá de los instrumentos: integra servicios, consumibles y gestión de recursos para todo el laboratorio. De este modo, su laboratorio puede mejorar la eficiencia, optimizar el funcionamiento, aumentar el tiempo de actividad de los instrumentos, desarrollar las habilidades de los usuarios y mucho más.

Para obtener más información acerca de Agilent CrossLab y conocer ejemplos de casos en los que se han conseguido grandes resultados, visite [www.agilent.com/crosslab](http://www.agilent.com/crosslab)

España

**901 11 68 90**

[customercare\\_spain@agilent.com](mailto:customercare_spain@agilent.com)

Europa

[info\\_agilent@agilent.com](mailto:info_agilent@agilent.com)

Asia-Pacífico

[inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:inquiry_lsca@agilent.com)

DE44343.4587962963

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Publicado en EE. UU. el 22 de junio de 2021  
5994-3644ES