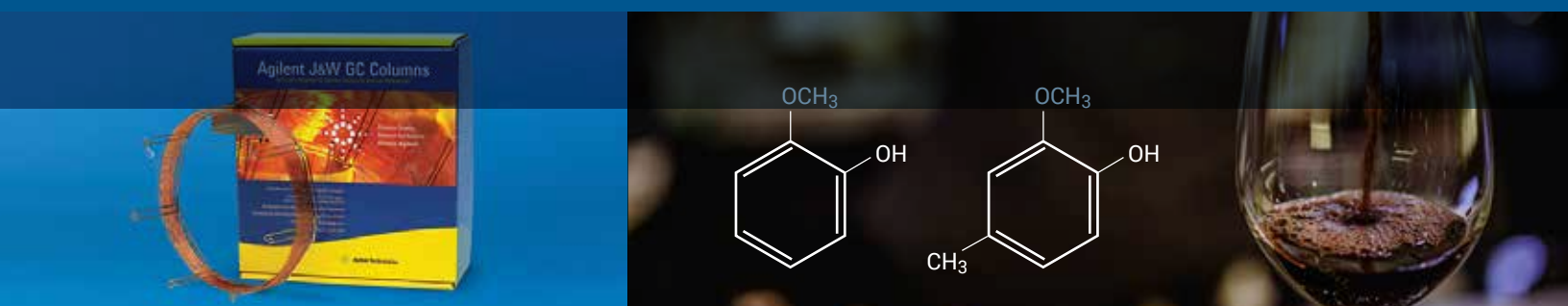


# Analyse des phénols libres volatils dans les vins affectés par la fumée à l'aide de la GC/MS

Guide de commande des consommables



## Avec l'augmentation des incendies dans diverses régions du monde, de nombreux viticulteurs et de nombreuses caves craignent toujours que l'impact de la fumée sur les raisins ne provoque des arômes indésirables dans leur vin.

Le gaïacol et le 4-méthylgaïacol ont été identifiés comme les principaux aromatiques volatils contribuant à la caractéristique indésirable de la fumée. Même si le vieillissement en fût de chêne peut également contribuer à la concentration en gaïacol et 4-méthylgaïacol, le rapport entre ces deux composés diffère dans les grains affectés par la fumée. Alors que l'arôme apporté par les fûts de chêne est perçu comme fumé et charbonneux, l'impact de la fumée rappelle davantage les feux de camp et les cendriers, ce qui n'est pas souhaitable pour le vin.

Les limites de détection pour l'analyse des composés provoqués par la fumée doivent être suffisamment sensibles pour assurer une détection en dessous de 1 ppb, raison pour laquelle les techniques de surveillance d'ions uniques (SIM) ou de « multiple reaction monitoring » (MRM) sont couramment utilisées pour les analyses en GC/MS.

L'analyse directe du vin peut être un défi en raison de la présence de sucres, d'acides organiques et d'autres composés aromatiques ayant des rétentions plus élevées. Afin de simplifier l'extraction et l'analyse de ces composés volatils, la microextraction en phase solide (MSPE) est devenue la méthode de prédilection. Sa popularité vient de :

- sa simplicité de fonctionnement
- son aptitude à l'automatisation
- l'utilisation réduite de solvants organiques et
- une désorption thermique directe vers le chromatographe en phase gazeuse

La méthode MSPE-GC/MS/MS Agilent pour l'analyse des phénols volatils sous forme libre associés à l'impact de la fumée permet une identification sûre et une quantification fiable.<sup>1</sup>



**Tableau 1.** Paramètres d'espace de tête (headspace) MSPE.

Paramètre	Valeur
Temps de prédésorption	3 min
Température de prédésorption	250 °C
Temps d'incubation	5 min
Vitesse de l'agitateur Heatex	1 000 tr/min
Température de l'agitateur Heatex	40 °C
Durée d'extraction de l'échantillon	10 min
Temps de désorption d'un échantillon	3 min

**Tableau 2.** Réglages du système de GC Agilent 8890.

Paramètre	Valeur
Insert d'injection	Insert d'injection Agilent Ultra Inert, splitless, droit, d.i. de 0,75 mm, recommandé pour les injections en MSPE (réf. 5190-4048)
Mode d'injection, Splitless, 250 °C	
Temp	
Mode de commande	Débit constant (1,2 mL/min)
Colonne	Colonne GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m × 0,25 mm, 0,25 µm (réf. 122-7132)
Programme du four	120 °C (1 min), 10 °C/min à 250 °C (0 min), 60 °C/min à 280 °C (0 min)

**Tableau 3.** Conditions du GC/MS à triple quadrupôle Agilent 7000D.

Paramètre	Valeur
Ligne de transfert	280 °C
Mode d'acquisition	dMRM
Délai du solvant	3,0 min
Fichier de réglage	Atune.eiex
Gain	10
Température de la source MS	280 °C
Température du MS quadrupôle	150 °C

Faire un choix entre la fibre SPME Agilent ou la SPME Arrow (Figure 1) est une question d'application courante.

Une comparaison entre la SPME Arrow d'Agilent et la fibre SPME, toutes deux avec la même phase MSPE DVB/carbone WR/PDMS a démontré que la SPME Arrow possède une plus grande efficacité d'extraction que la fibre SPME (Figure 2).<sup>2</sup> Avec la SPME Arrow, la réponse est 4 fois plus élevée pour le gaiacol et 7 fois plus élevée pour le 4-méthylgäiäcol que la fibre SPME correspondante.

De plus, la pointe en forme de flèche permet une pénétration douce du septum du flacon et de l'injecteur et, contrairement aux fibres SPME traditionnelles, la conception de la SPME Arrow protège complètement le matériau sorbant, en minimisant les influences adverses et la perte de composé durant les processus de transfert.

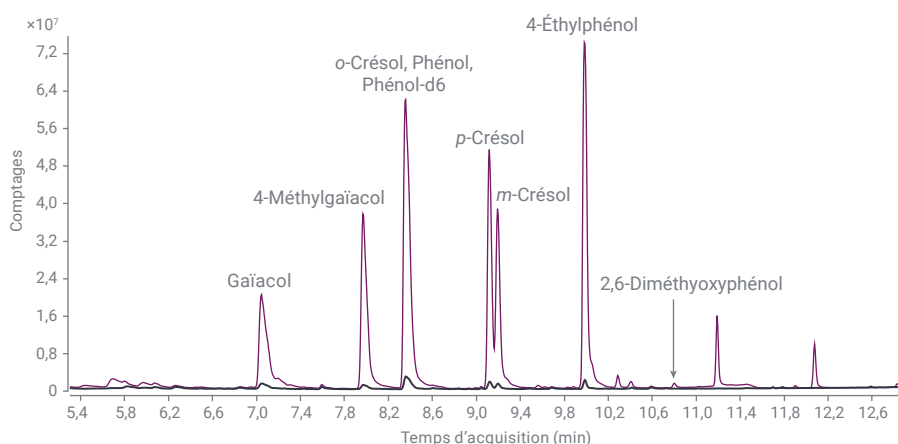
Afin de maximiser la concentration en composants volatils dans l'espace de tête (headspace), envisagez d'ajouter du sel à la matrice des échantillons pour diminuer le coefficient de partition (K) pour certains analytes cibles. Une réponse améliorée des composés volatils associés à la fumée a été constatée en ajoutant 4 g de NaCl (Figure 3).<sup>3</sup>

## Références

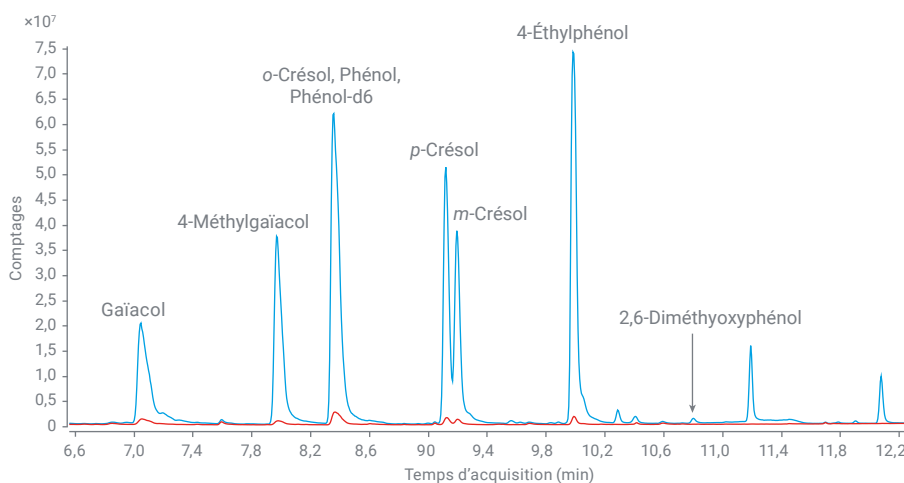
1. Analysis of Free Volatile Phenols in Smoke-Impacted Wines by SPME, [5994-3161](#)
2. Response Comparison of Agilent SPME Arrows and Agilent SPME Fibers with DVB/Carbon WR/PDMS Phase for Free Volatile Phenols [5994-3160EN](#)
3. Use of Salt to Increase Analyte Concentration in SPME Headspace Applications,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



**Figure 1.** Comparaison des surfaces de la phase de sorption et volume de la phase de sorption pour les SPME Arrow et les fibres SPME.



**Figure 2.** Chromatogramme d'ions totaux des composés associés à la fumée à 50 ppb, extrait avec la fibre SPME Agilent, le DVB/C-WR/PDMS/10 (Réf. 5191-5874, trait noir) et la SPME Arrow Agilent, DVB/carbone WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (réf. 5191-5861, trait violet).



**Figure 3.** Chromatogramme d'ions totaux des composés associés à la fumée à 50 ppb, extraits avec la SPME Arrow Agilent, DVB/carbone WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (réf. 5191-5861). Le trait rouge illustre les étalons analysés sans sel, et le trait bleu illustre les étalons analysés avec 4 g de NaCl.

## Informations pour commander

Ce guide contient des recommandations pour les produits Agilent utilisés dans cette analyse afin de vous permettre de trouver rapidement les produits que vous recherchez. Cliquez sur le lien MaListe\* ci-dessous pour ajouter des articles dans la liste de vos « Produits favoris » dans la boutique en ligne d'Agilent. Ensuite, indiquez la quantité souhaitée pour les produits dont vous avez besoin. Votre liste d'articles sera disponible dans la rubrique « Produits favoris » pour faciliter vos futures commandes.

### MaListe de colonnes et fournitures pour l'analyse des phénols volatils libres dans les vins affectés par la fumée

Description	Réf.
<b>Préparation d'échantillons</b>	
Agilent SPME Arrow DVB/carbone WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (recommandé)	5191-5861
Fibre SPME Agilent, DVB/C-WR/PDMS/10	5191-5874
<b>Étalons</b>	
Étalon de fumée <sup>†</sup> Solution dans du MeOH ; 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004677 <sup>†</sup>
Étalon interne <sup>§</sup> Solution dans du MeOH, 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004678 <sup>†</sup>
Eau InfinityLab Ultrapure LCMS	5191-4498
<b>Colonnes GC</b>	
Colonne GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm	122-7132
<b>Consommables pour GC</b>	
Insert d'injection Agilent Ultra Inert, splitless, droit, d.i. de 0,75 mm recommandé pour les injections en MSPE	5190-4048
Septum d'injecteur, Advanced Green, anti-adhérent, 11 mm, 50/pqt	5183-4759
Joint en or Ultra Inert, avec rondelle, 1/pqt	5190-6144
Écrou autoserrant de colonne, à collet, injecteur	G3440-81011
Écrou autoserrant de colonne, à collet, MSD	G3440-81013
Ferrules 15 % graphite/85 % Vespel, d.i. 0,4 mm, 10/pqt	5181-3323
<b>Capsules et flacons</b>	
Flacons d'échantillonnage pour headspace ambrés de 20 mL, à visser, capsule de 18 mm, 100/pqt	5188-6537
Capsule à visser pour espace de tête (headspace), septum en PTFE/silicone, 18 mm, 100/pqt	5188-2759
<b>Consommables pour MS</b>	
Filament EI (pour les systèmes 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, extracteur 5977A, inerte ou inox et systèmes 5975)	G7005-60061
Filament HES pour GC/MS triple quadripôle Agilent 7010	G7002-60001
<b>Filtres à gaz</b>	
Kit pour gaz vecteur Gas Clean pour 7890	CP17988
Kit pour gaz vecteur Gas Clean pour 8890 et 8860	CP179880
Cartouche de recharge pour purificateur de gaz vecteur Gas Clean	CP17973



\* Si vous utilisez la boutique en ligne d'Agilent pour la première fois, vous serez invité à saisir votre adresse e-mail afin de vérifier votre compte. Si vous n'avez pas de compte Agilent enregistré, il vous faudra en créer un à l'adresse [www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos](http://www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos). Cette fonctionnalité n'est valide que dans les régions où le e-commerce est disponible. Tous les articles peuvent aussi être commandés auprès de vos circuits de vente et de distribution habituels.

<sup>†</sup> Pour commander ces références d'étalons personnalisés, veuillez consulter l'adresse [www.agilent.com/chem/standards](http://www.agilent.com/chem/standards). Ces étalons peuvent ne pas être disponibles dans certains pays.

<sup>‡</sup> Contient : 2,4-Diméthylphénol (CAS#105-67-9), 3,5-Xylénol (CAS#108-68-9), 4-Ethylgâicol (CAS#2785-89-9), Créosol (2-Méthoxy-4-Méthylphénol) (CAS#93-51-6), Eugénol (CAS#97-53-0), Gaïacol (CAS#90-05-1), m-Crésol (CAS#108-39-4), o-Crésol (CAS#95-48-7), o-Éthylphénol (CAS#90-00-6), p-Crésol (CAS#106-44-5), Phénol (CAS#108-95-2), 4-Éthylphénol (CAS#123-07-9), 4-éthyl-p-Xylénol (CAS#95-87-4), Syringol (CAS#91-10-1), 2,6-Diméthoxy-4-méthylphénol (CAS#6638-05-7).

<sup>§</sup> Contient : Phénol-d6 (CAS#13127-88-3), Gaïacol-d3 (CAS#74495-69-5).

## Agilent CrossLab : une expertise réelle pour des résultats concrets

Agilent CrossLab va bien au-delà de l'instrumentation pour vous proposer des services, des consommables et une gestion des ressources à l'échelle du laboratoire, afin que vous puissiez améliorer l'efficacité, optimiser le fonctionnement, augmenter la disponibilité des instruments, développer les compétences des utilisateurs, et plus encore.

Pour en savoir plus sur Agilent CrossLab et voir des exemples d'excellents résultats obtenus grâce aux conseils d'experts, rendez-vous sur [www.agilent.com/crosslab](http://www.agilent.com/crosslab)

France

**0810 446 446**

[customercare\\_france@agilent.com](mailto:customercare_france@agilent.com)

États-Unis et Canada

[agilent\\_inquiries@agilent.com](mailto:agilent_inquiries@agilent.com)

Europe

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

Asie et Pacifique

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

DE44343.4587962963

Ces informations peuvent être soumises à des modifications sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Publié aux États-Unis, le 22 juin 2021  
5994-3644FR