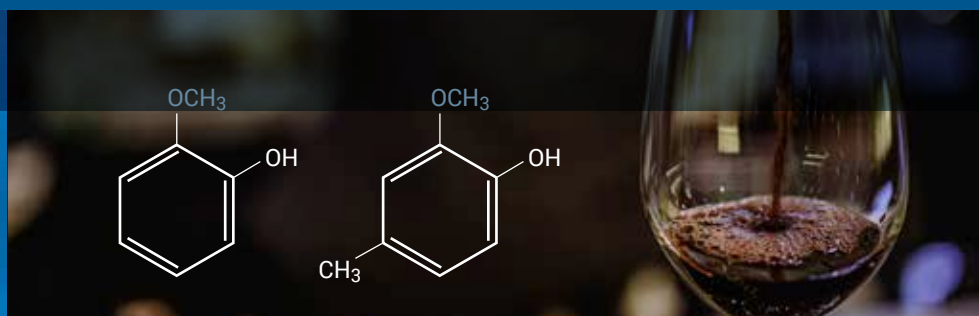


Analisi GC/MS dei fenoli volatili liberi nei vini contaminati dal fumo

Guida per ordinare parti di consumo per il flusso di lavoro



In seguito all'aumento degli incendi in diverse regioni del mondo, molti viticoltori e aziende vinicole temono che l'esposizione dei chicchi d'uva al fumo alteri in maniera sgradevole il gusto dei vini.

Guaiacolo e 4-metilguaiacolo sono stati identificati come i principali composti aromatici volatili che contribuiscono alle caratteristiche sgradevoli derivanti dall'esposizione al fumo. Sebbene anche l'invecchiamento del vino in botti di quercia possa contribuire alla concentrazione di guaiacolo e 4-metilguaiacolo, la frazione di questi due composti differisce negli acini esposti al fumo. Mentre l'aroma apportato dalle botti di quercia viene percepito come un sentore di fumo e brace, l'effetto della contaminazione da fumo richiama maggiormente fuochi da campo e posacenere, note che risultano sgradevoli nel vino.

I limiti di rivelabilità per l'analisi dei composti associati alla contaminazione da fumo devono tali da rilevare concentrazioni inferiori a 1 ppb, ragion per cui nelle analisi GC/MS sono comunemente impiegati il monitoraggio di singoli ioni (SIM) o il monitoraggio di reazioni multiple (MRM).

L'analisi diretta del vino può essere complessa a causa della presenza di zuccheri, acidi organici e altri composti aromatici caratterizzati da una maggiore ritenzione. Per semplificare l'estrazione e l'analisi di queste specie volatili, le microestrazioni in fase solida (SPME) sono divenute il metodo di estrazione preferito. La popolarità di questo metodo va ascritta alle seguenti caratteristiche:

- semplicità di funzionamento
- idoneità all'automazione
- uso ridotto di solventi organici e
- desorbimento termico diretto in un gascromatografo

Il metodo SPME-GC/MS/MS Agilent per l'analisi dei fenoli volatili in forma libera associati alla contaminazione da fumo permette identificazione sicura e quantificazione affidabile.¹



Tabella 1. Parametri dello spazio di testa SPME.

Parametro	Impostazione
Tempo di pre-desorbimento	3 min
Temperatura di pre-desorbimento	250 °C
Tempo di incubazione	5 min
Velocità dell'agitatore Heatex	1.000 rpm
Temperatura dell'agitatore Heatex	40 °C
Tempo di estrazione del campione	10 min
Tempo di desorbimento del campione	3 min

Tabella 2. Impostazioni del sistema GC Agilent 8890.

Parametro	Impostazione
Liner per iniettore	Liner per iniettore Ultra Inert Agilent, splitless, dritto, d.i. 0,75 mm, consigliato per iniezioni SPME (codice 5190-4048)
Modalità di iniezione, temperatura	Splitless, 250 °C
Modalità di controllo	Flusso costante (1,2 mL/min)
Colonna	Colonna per GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm (codice 122-7132)
Programma forno	120 °C (mantenimento 1 min); 10 °C/min fino a 250 °C (mantenimento 0 min); 60 °C/min fino a 280 °C (mantenimento 0 min)

Tabella 3. Condizioni del sistema GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7000D.

Parametro	Impostazione
Transfer line	280 °C
Modalità di acquisizione	dynamic MRM
Solvent Delay	3,0 min
File di calibrazione	Atune.eiex
Guadagno	10
Temperatura della sorgente MS	280 °C
Temperatura del quadrupolo MS	150 °C

La scelta tra una fibra SPME o SPME Arrow Agilent (Figura 1) è una tipica questione applicativa.

Un confronto tra l'SPME Arrow e la fibra SPME di Agilent, entrambe con la stessa fase SPME DVB/carbonio WR/PDMS, ha dimostrato che l'SPME Arrow possiede un'efficienza di estrazione superiore rispetto alla fibra SPME (Figura 2).² Con l'SPME Arrow, la risposta registrata è stata 4 volte più alta per il guaiacolo e 7 volte più alta per il 4-metilguaiacolo rispetto a quanto osservato con la fibra SPME corrispondente.

Inoltre, la punta a forma di freccia ha permesso una penetrazione uniforme dei setti dei vial e dell'iniettore e, al contrario delle fibre SPME tradizionali, il design SPME Arrow ha protetto completamente il materiale adsorbente, riducendo al minimo gli effetti avversi e la perdita di analiti durante i processi di trasferimento.

Per incrementare al massimo la concentrazione dei componenti volatili nello spazio di testa, si può prendere in considerazione l'aggiunta di sale alla matrice del campione, in modo da abbassare il coefficiente di ripartizione (K) per alcuni analiti target. In seguito all'aggiunta di 4 g di NaCl (Figura 3) è stato osservato un incremento della risposta dei composti volatili associati alla contaminazione da fumo.³

Bibliografia

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. Confronti tra aree superficiali e volumi delle fasi adsorbenti per SPME Arrow e fibre SPME.

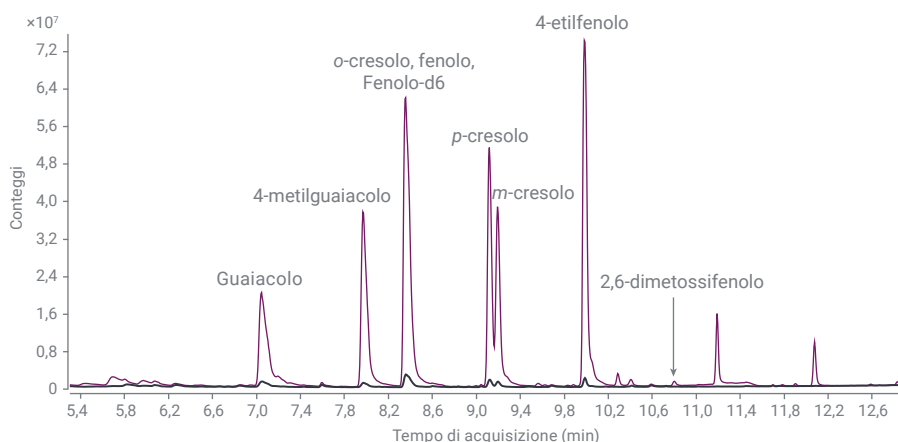


Figura 2. Scansione in TIC dei composti associati alla contaminazione da fumo a 50 ppb estratti con la fibra SPME Agilent, DVB/C-WR/PDMS/10 (codice 5191-5874, traccia nera) e con l'SPME Arrow Agilent, DVB/carbonio WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (codice 5191-5861, traccia viola).

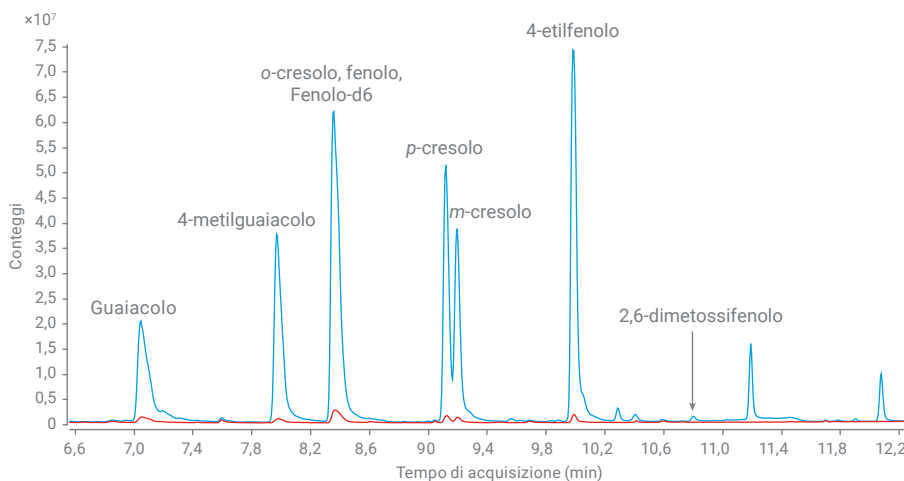


Figura 3. Scansione in TIC dei composti associati alla contaminazione da fumo a 50 ppb estratti con l'SPME Arrow Agilent, DVB/carbonio WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (codice 5191-5861). La traccia rossa indica gli standard analizzati senza sale, la traccia blu gli standard analizzati con 4 g di NaCl.

Informazioni per gli ordini

Questa guida fornisce indicazioni sui prodotti Agilent utilizzati in questa analisi per permetterti di trovare rapidamente ciò che stai cercando. Fai clic sul collegamento "Il mio elenco"* nell'intestazione che segue per aggiungere articoli al tuo elenco "Prodotti preferiti" in Agilent Online Store. Inserisci quindi le quantità per i prodotti di cui hai bisogno. L'elenco rimarrà tra i "Prodotti preferiti" in modo che tu possa disporne per gli ordini futuri.

Il mio elenco di colonne e prodotti di consumo Agilent per l'analisi dei fenoli volatili liberi nei vini contaminati dal fumo

Descrizione	Codice
Preparazione del campione	
SPME Arrow DVB/carbonio WR/PDMS Agilent, 1,10 mm, 120 µm (consigliato)	5191-5861
Fibra SPME Agilent, DVB/C-WR/PDMS/10	5191-5874
Standard	
Soluzione standard fumo [‡] in metanolo; 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004677 [†]
Standard interno [§] in metanolo, 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004678 [†]
Acqua ultra pura per LC/MS InfinityLab	5191-4498
Colonne per GC	
Colonna per GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm	122-7132
Prodotti di consumo per GC	
Liner per iniettore Ultra Inert Agilent, splitless, dritto, d.i. 0,75 mm, consigliato per iniezioni SPME	5190-4048
Setti per iniettore, Advanced Green, non-stick, 11 mm, 50/conf.	5183-4759
Guarnizione dorata Ultra Inert, con rondella, 1/conf.	5190-6144
Dado autoserrante per colonna, con collare, iniettore	G3440-81011
Dado autoserrante per colonna, con collare, MSD	G3440-81013
Ferrule 15% grafite/85% Vespel, d.i. 0,4 mm, 10/conf.	5181-3323
Vial e tappi	
Vial per spazio di testa da 20 mL, ambrati, chiusura a vite, tappo da 18 mm, 100/conf.	5188-6537
Tappo a vite per spazio di testa, setti in PTFE/silicone, 18 mm, 100/conf.	5188-2759
Prodotti di consumo per MS	
Filamento EI (per 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, estrattore 5977A, inerte o acciaio inossidabile e sistemi 5975)	G7005-60061
Filamento HES per sistema GC/MS a triplo quadrupolo 7010	G7002-60001
Filtri gas	
Kit per la purificazione dei gas di trasporto per 7890	CP17988
Kit Gas Clean per gas di trasporto per 8890 e 8860	CP179880
Cartuccia di ricambio per purificatore del gas di trasporto Gas Clean	CP17973



* Se è la prima volta che utilizzi Agilent Online Store, dovrai inserire il tuo indirizzo e-mail per la verifica dell'account. Se non disponi di un account Agilent registrato, dovrai registrarne uno all'indirizzo www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos. Questa funzione è disponibile soltanto nelle regioni in cui è abilitato l'e-commerce. Tutti gli articoli possono essere ordinati anche tramite i normali canali di vendita e distribuzione.

[†] Per ordinare questi codici di standard personalizzati visita il sito www.agilent.com/chem/standards. Gli standard potrebbero non essere disponibili in alcuni Paesi.

[‡] Contiene: 2,4-dimetilfenolo (n. CAS 105-67-9), 3,5-xilenolo (n. CAS 108-68-9), 4-etilguaiacolo (n. CAS 2785-89-9), creosolo (2-metossi-4-metilfenolo) (n. CAS 93-51-6), eugenolo (n. CAS 97-53-0), guaiacolo (n. CAS 90-05-1), m-cresolo (n. CAS 108-39-4), o-cresolo (n. CAS 95-48-7), o-etilfenolo (n. CAS 90-00-6), p-cresolo (n. CAS 106-44-5), fenolo (n. CAS 108-95-2), 4-etilfenolo (n. CAS 123-07-9), 4-etil-p-xilenolo (n. CAS 95-87-4), siringolo (n. CAS 91-10-1), 2,6-dimetossi-4-metilfenolo (n. CAS 6638-05-7).

[§] Contiene: fenolo-d6 (n. CAS 13127-88-3), guaiacolo-d3 (n. CAS 74495-69-5).

Agilent CrossLab: competenza reale, risultati concreti

Agilent CrossLab non offre solo strumenti ma servizi, parti di consumo e gestione delle risorse del laboratorio. Il tuo laboratorio può così migliorare la propria efficienza, ottimizzare le operazioni, aumentare il tempo di operatività degli strumenti, sviluppare le competenze degli utilizzatori e molto altro ancora.

Maggiori informazioni su Agilent CrossLab, oltre ad esempi pratici che si traducono in ottimi risultati, sono disponibili all'indirizzo

www.agilent.com/crosslab

Italia

numero verde 800 012 575

customercare_italy@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

DE44343.4587962963

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Pubblicato negli Stati Uniti, martedì 22 giugno 2021
5994-3644ITE