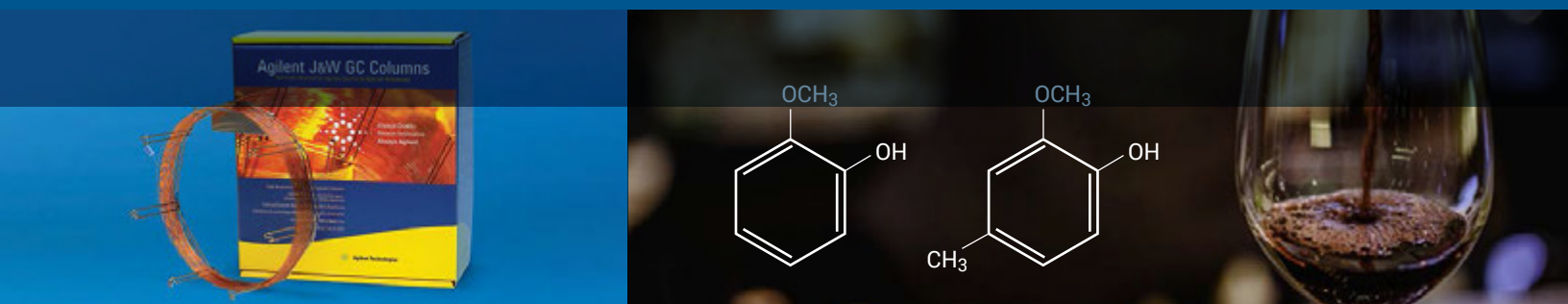


# Análise de fenóis voláteis livres em vinhos afetados pela fumaça usando cromatografia gasosa/espectrometria de massas

Guia de pedidos para o fluxo de trabalho de consumíveis



Com o aumento dos incêndios florestais em diversas regiões do mundo, muitos produtores e vinícolas continuam a se preocupar com o impacto da fumaça nas uvas, causando alterações nos aromas de seus vinhos.

O guaiacol e o 4-metilguaiacol foram identificados como os principais aromáticos voláteis que contribuem para a característica indesejável causada pelo impacto da fumaça. Embora o envelhecimento do vinho em barris de carvalho também possa contribuir para a concentração de guaiacol e 4-metilguaiacol, a proporção desses dois compostos difere em uvas afetadas pela fumaça. O aroma agregado pelos barris de carvalho é percebido como fumaça e carvão, enquanto o impacto da fumaça é mais associado a fogueiras e cinzeiros, o que não é desejável no vinho.

Na análise dos compostos responsáveis pelo impacto da fumaça, os limites de detecção devem ser sensíveis o suficiente para detectar abaixo de 1 ppb, razão pela qual o monitoramento seletivo de íons (monitoramento de íon simples SIM) ou o monitoramento de reações múltiplas (MRM) são comumente usados nas análises de cromatografia gasosa/espectrometria de massas.

A análise direta do vinho pode ser desafiadora devido à presença de açúcares, ácidos orgânicos e outros compostos aromáticos com retenções mais elevadas. Para simplificar a extração e análise desses voláteis, a microextração em fase sólida (SPME) se tornou o método de extração de escolha. Sua popularidade ocorre devido a:

- simplicidade operacional
- adequação para automação
- redução no uso de solventes orgânicos, e
- dessorção térmica direta em um cromatógrafo gasoso

O método de microextração em fase sólida de cromatografia gasosa/espectrometria de massa Agilent para a análise de fenóis voláteis de forma livre associados ao impacto da fumaça permite a identificação e quantificação confiáveis.<sup>1</sup>

**Tabela 1.** Parâmetros da microextração em fase sólida de headspace.

Parâmetro	Configuração
Tempo de pré-dessorção	3 min
Temperatura de pré-dessorção	250°C
Tempo de incubação	5 min
Velocidade do agitador Heatex	1.000 rpm
Temperatura do agitador Heatex	40°C
Tempo de extrato de amostras	10 min
Tempo de dessorção de amostras	3 min

**Tabela 2.** Configuração do sistema de GC Agilent 8890.

Parâmetro	Configuração
Liner do injetor	Liner do injetor Ultra Inert Agilent, splitless, reto, 0,75 mm de DI, recomendado para injeções com microextração em fase sólida (p/n 5190-4048)
Modo de injeção, Temp.	Splitless, 250°C
Modo de controle	Fluxo constante (1,2 mL/min)
Coluna	Coluna para GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm (p/n 122-7132)
Programa do forno	120°C (manter por 1 min); 10°C/min a 250°C (manter por 0 min); 60°C/min a 280°C (manter por 0 min)



**Tabela 3.** Condições do GC/MS Agilent 7000D Triplo Quadrupolo.

Parâmetro	Configuração
Linha de transferência	280°C
Modo de aquisição	MRM dinâmico
Delay de solvente	3,0 min
Arquivo de tuning	Atune.eiex
Ganho	10
Temperatura da fonte de MS	280°C
Temperatura do quadrupolo de MS	150°C

A escolha entre uma fibra de microextração em fase sólida ou uma SPME Arrow microextração em fase sólida Agilent (Figura 1) é uma questão comum relacionado à aplicação.

Uma comparação da SPME Arrow microextração em fase sólida Agilent e da fibra de microextração em fase sólida Agilent, ambas com a mesma fase de microextração em fase sólida de DVB/carbono WR/PDMS, demonstrou que a SPME Arrow microextração em fase sólida possui uma maior eficiência de extração em comparação com a fibra de microextração em fase sólida (Figura 2).<sup>2</sup> Com a SPME Arrow microextração em fase sólida, a resposta foi 4x maior para guaiacol e 7x maior para 4-metilguaiacol do que a fibra de microextração em fase sólida correspondente.

Além disso, a ponta em forma de seta permitiu a penetração suave no vial e septos do injetor e, em contraste com as fibras de microextração em fase sólida tradicionais, o design da SPME Arrow microextração em fase sólida protegeu totalmente o material sorptivo, minimizando influências adversas e perda de analitos durante os processos de transferência.

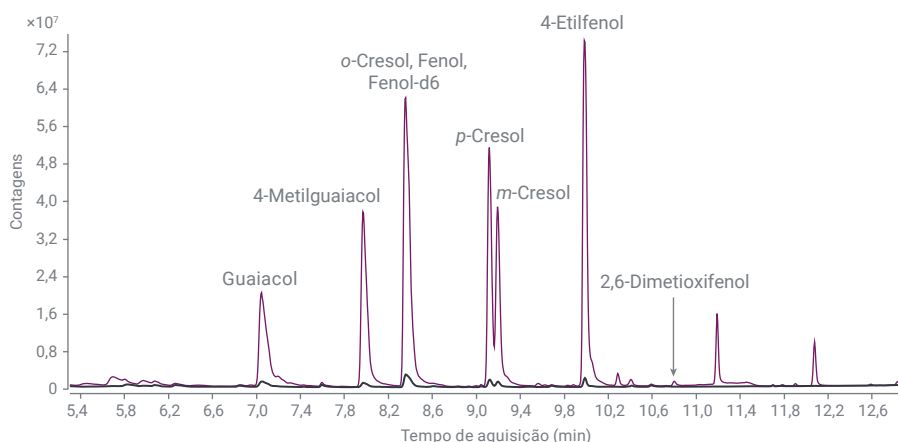
Para maximizar a concentração de componentes voláteis no headspace, considere a adição de sal à matriz de amostras para diminuir o coeficiente de partição (K) para alguns analitos alvo. Uma resposta aumentada de voláteis responsáveis pelo impacto da fumaça foi observada após a adição de 4 g de NaCl (Figura 3).<sup>3</sup>

## Referências

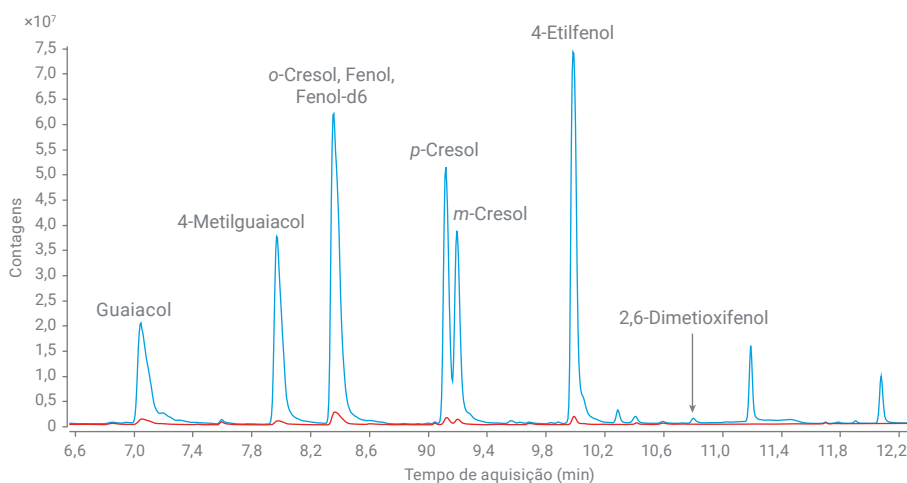
1. Analysis of Free Volatile Phenols in Smoke-Impacted Wines by SPME, [5994-3161](#)
2. Response Comparison of Agilent SPME Arrows and Agilent SPME Fibers with DVB/Carbon WR/PDMS Phase for Free Volatile Phenols [5994-3160EN](#)
3. Use of Salt to Increase Analyte Concentration in SPME Headspace Applications,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



**Figura 1.** Comparações da área de superfície de fase de sorção e do volume de fase de sorção entre a SPME Arrow microextração em fase sólida e as fibras de microextração em fase sólida.



**Figura 2.** Cromatograma de íons totais (Scan) a 50 ppb de compostos responsáveis pelo impacto da fumaça, extraídos com a fibra de microextração em fase sólida Agilent, DVB/C-WR/PDMS/10 (p/n 5191-5874, sinal em preto) e com a SPME Arrow microextração em fase sólida Agilent, DVB/carbono WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (p/n 5191-5861, sinal em roxo).



**Figura 3.** Cromatograma de íons totais (Scan) a 50 ppb de compostos responsáveis pelo impacto da fumaça, extraídos com a SPME Arrow microextração em fase sólida, DVB/carbono WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (p/n 5191-5861). O traço vermelho indica os padrões analisados sem adição de sal e o traço azul indica os padrões analisados com adição de 4 g de NaCl.

## Informação para pedidos

Este guia fornece recomendações para produtos Agilent usados nesta análise, para que você possa encontrar o que procura de forma rápida. Clique no link MyList\* no cabeçalho abaixo para adicionar os itens à sua lista de "Produtos favoritos" na Agilent store. Em seguida, insira as quantidades dos produtos necessários. A sua lista permanecerá em "Produtos favoritos" para uso em pedidos futuros.

### MyList de colunas e consumíveis para análise de fenóis voláteis livres em vinhos afetados pela fumaça

Descrição	Nº de peça
<b>Preparo de amostras</b>	
SPME Arrow microextração em fase sólida Agilent DVB/carbono WR/PDMS, 1,10 mm, 120 µm (recomendado)	5191-5861
Fibras de microextração em fase sólida Agilent, DVB/C-WR/PDMS/10	5191-5874
<b>Padrões</b>	
Solução padrão de fumaça † em metanol; 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004677 <sup>†</sup>
Padrão interno <sup>§</sup> em metanol, 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004678 <sup>†</sup>
Água ultrapura InfinityLab para LCMS	5191-4498
<b>Colunas para GC</b>	
Coluna para GC Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 m, 0,25 mm, 0,25 µm	122-7132
<b>Consumíveis para GC</b>	
Liner do injetor Ultra Inert Agilent, splitless, reto, 0,75 mm de DI, recomendado para injeções com microextração em fase sólida	5190-4048
Septos de injetor, Advanced green, antiaderente, 11 mm, 50/pacote	5183-4759
Selo de ouro Ultra Inert com arruela, 1/pacote	5190-6144
Porca para coluna com ajuste automático, com colar, injetor	G3440-81011
Porca para coluna com ajuste automático, com colar, MSD	G3440-81013
Anilhas 15% grafite/85% Vespel, 0,4 mm de DI, 10/pacote	5181-3323
<b>Vials &amp; Tampas</b>	
Vials do headspace âmbar de 20 mL, rosqueável, tampa de 18 mm, 100/pacote	5188-6537
Tampa rosqueável do headspace, septos de PTFE/silicone, 18 mm, 100/pacote	5188-2759
<b>Consumíveis para MS</b>	
Filamento para EI (para 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, extrator 5977A, inerte ou aço inoxidável, e sistemas 5975)	G7005-60061
Filamento HES para GC/MS Agilent 7010 Triplo Quadrupolo	G7002-60001
<b>Filtros de gás</b>	
Kit de limpeza de gás de arraste para 7890	CP17988
Kit de gases de arraste para limpeza da linha de gases para 8890 e 8860	CP179880
Cartucho de reposição para purificador de gás de arraste Gas Clean	CP17973



\* Caso esta seja a sua primeira vez usando a Agilent store, será solicitado que você digite o seu endereço de e-mail para verificação da conta. Se você não possui uma conta Agilent registrada, será necessário se registrar para obter uma em [www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos](http://www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos). Esse recurso é válido apenas nas regiões onde o comércio eletrônico está habilitado. Todos os itens também podem ser solicitados através dos canais regulares de vendas e distribuidores.

<sup>†</sup> Para solicitar os part numbers dos padrões personalizados, visite [www.agilent.com/chem/standards](http://www.agilent.com/chem/standards). Os padrões podem não estar disponíveis em alguns países.

<sup>‡</sup> Contém: 2,4-Dimetilfenol (nº CAS 105-67-9), 3,5-Xilenol (nº CAS 108-68-9), 4-Etilguaiaicol (nº CAS 2785-89-9), Creosol (2-metoxi-4-metilfenol) (nº CAS 93-51-6), Eugenol (nº CAS 97-53-0), Guaiacol (nº CAS 90-05-1), m-Cresol (nº CAS 108-39-4), o-Cresol (nº CAS 95-48-7), o-Etilfenol (nº CAS 90-00-6), p-Cresol (nº CAS 106-44-5), Fenol (nº CAS 108-95-2), 4-Etilfenol (nº CAS 123-07-9), 4-etil-p-xilenol (nº CAS 95-87-4), Seringol (nº CAS 91-10-1), 2,6-Dimetóxi-4-metilfenol (nº CAS 6638-05-7).

<sup>§</sup> Contém: Fenol-d6 (nº CAS 13127-88-3), Guaiacol-d3 (nº CAS 74495-69-5).

## Agilent CrossLab: Visão real, resultados reais

O CrossLab vai além da instrumentação para trazer serviços, consumíveis e gerenciamento de recursos em todo o seu laboratório. Assim, seu laboratório pode melhorar a eficiência, otimizar as operações, aumentar o tempo de atividade dos instrumentos, desenvolver as habilidades dos usuários e muito mais.

Saiba mais sobre o Agilent CrossLab e veja exemplos de ideias para obtenção de ótimos resultados, no site [www.agilent.com/crosslab](http://www.agilent.com/crosslab)

Brasil

**0800 7281405**

[chem\\_vendas@agilent.com](mailto:chem_vendas@agilent.com)

Europa

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

Ásia e Pacífico

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

DE44343.4587962963

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Publicado nos EUA, 22 de junho de 2021  
5994-3644PTBR