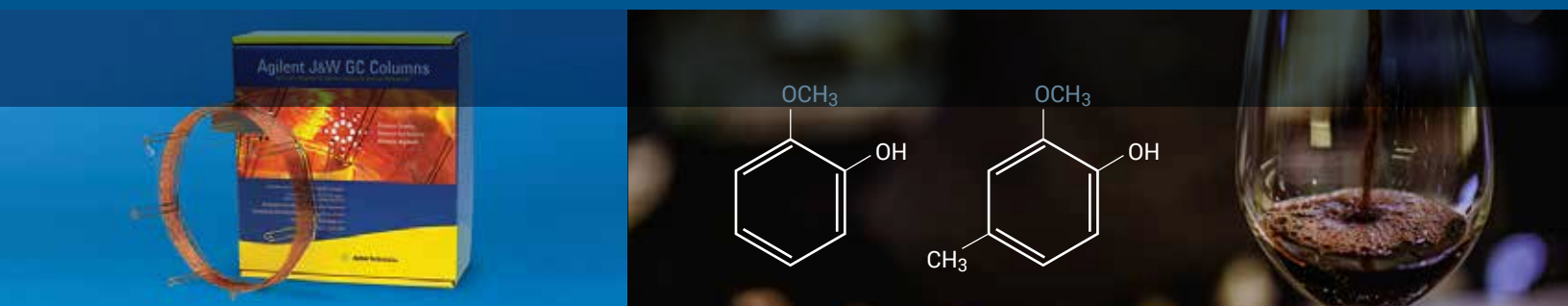


Анализ свободных летучих фенолов в винах, подвергшихся воздействию дыма, с помощью ГХ-МС

Руководство по заказу расходных материалов



С ростом количества случаев природных пожаров в разных областях земного шара возрастает обеспокоенность сельхозпроизводителей и виноделов влиянием дыма на виноград, приводящим к возникновению в вине посторонних привкусов.

Было установлено, что гваякол и 4-метилгваякол – это основные летучие ароматические вещества, которые способствуют возникновению нежелательных характеристик, связанных с воздействием дыма. Хотя выдерживание вина в дубовых бочках также может повысить концентрацию гваякола и 4-метилгваякола, соотношение этих двух компонентов в ягодах, подвергшихся воздействию дыма, отличается. Несмотря на то, что аромат, придаваемый дубовыми бочками, воспринимается как дым и гарь, воздействие дыма придает запах, скорее напоминающий походные костры и пепельницы, что нежелательно для вина.

Пределы обнаружения анализа соединений, образующихся под воздействием дыма, должны иметь чувствительность, достаточную для детектирования менее 1 млрд д. Именно поэтому в анализах ГХ-МС традиционно используются мониторинг выбранного иона (SIM) или мониторинг множественных реакций (MRM).

Прямой анализ вина может вызывать затруднения из-за наличия сахаров, органических кислот и других ароматических соединений с высокими значениями времен удерживания. Для упрощения экстракции и анализа этих летучих веществ предпочтительным методом экстракции стали твердофазные микроэкстракции (ТФМЭ). Их популярность связана со следующими характеристиками:

- простота применения;
- возможность автоматизации;
- сокращение применения органических растворителей;
- прямая термическая десорбция в газовый хроматограф.

Методика ТФМЭ-ГХ-МС-МС Agilent для анализа свободных летучих фенолов, образовавшихся в результате воздействия дыма, обеспечивает точную идентификацию и надежный количественный анализ ¹.



Таблица 1. Параметры парофазной ТФМЭ.

| Параметр | Установленное значение |
|---|------------------------|
| Продолжительность предварительной десорбции | 3 мин |
| Температура предварительной десорбции | 250 °C |
| Время уравнивания | 5 мин |
| Скорость системы вращения виал для ТФЭ | 1 000 об/мин |
| Температура системы вращения виал для ТФЭ | 40 °C |
| Продолжительность экстракции пробы | 10 мин |
| Продолжительность десорбции пробы | 3 мин |

Таблица 2. Параметры ГХ Agilent 8890.

| Параметр | Установленное значение |
|--------------------------|---|
| Лайнер испарителя | Лайнер испарителя Agilent Ultra Inert, без деления потока, прямой, внутр. диам. 0,75 мм, рекомендуется для вводов ТФМЭ (кат. № 5190-4048) |
| Режим ввода, температура | Без деления потока, 250 °C |
| Режим управления | Постоянный расход (1,2 мл/мин) |
| Колонка | Колонка для ГХ Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм (кат. № 122-7132) |
| Программа термостата | 120 °C (удерживание 1 мин); 10 °C/мин до 250 °C (удерживание 0 мин); 60 °C/мин до 280 °C (удерживание 0 мин) |

Таблица 3. Условия эксплуатации трехкврупольного ГХ-МС Agilent 7000D.

| Параметр | Установленное значение |
|---|------------------------|
| Транспортная линия | 280 °C |
| Режим сбора данных | dMRM |
| Задержка для устранения эффектов растворителя | 3,0 мин |
| Файл настройки | Atune.eiex |
| Коэффициент усиления | 10 |
| Температура источника МС | 280 °C |
| Температура квадруполя МС | 150 °C |

Распространенным вопросом практического применения является выбор между волокном и стержнем для ТФМЭ (рис. 1).

Сравнение стержня и волокна для ТФМЭ в обоих случаях с одинаковой фазой ДВБ / углерод ШС / ПДМС показало, что стержень для ТФМЭ обладает большей эффективностью экстракции, чем волокно для ТФМЭ (рис. 2) ². В случае со стержнем для ТФМЭ отклик был в 4 раза выше для гваякола и в 7 раз выше для 4-метилгваякола по сравнению с соответствующим волокном для ТФМЭ.

Кроме того, острая форма наконечника обеспечила легкое проникновение в виалу и прокол септы инжектора, что невозможно с традиционными волокнами для ТФМЭ. Конструкция стержня для ТФМЭ гарантировала полную сохранность сорбционного материала, сведя к минимуму негативные воздействия и потерю аналитов во время переноса.

Чтобы максимально повысить концентрацию летучих компонентов в паровой фазе, в матрицу проб следует добавить соль, которая снизит коэффициент распределения (K) для некоторых целевых веществ. Повышенный отклик летучих веществ, образовавшихся под воздействием дыма, был отмечен при добавлении 4 г NaCl (рис. 3) ³.

Литература

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 DVБ/Carbon WR/PDMS Phase for Free Volatile Phenols [5994-3160EN](#)
3. Use of Salt to Increase Analyte Concentration in SPME Headspace Applications, [5994-3159EN](#)

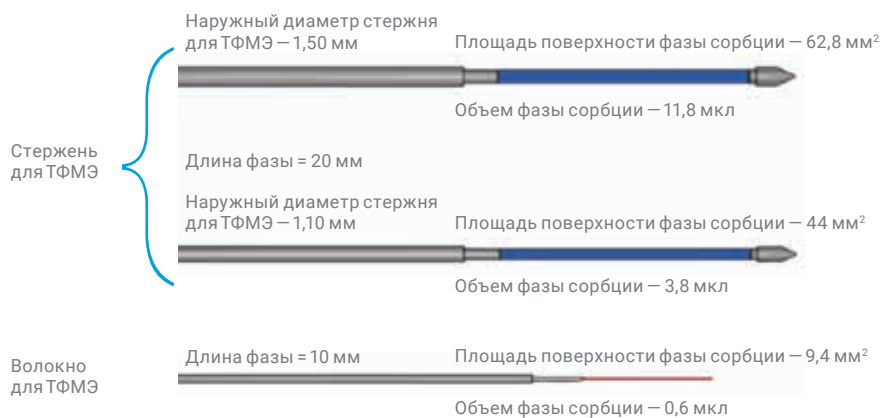


Рис. 1. Сравнение площади поверхности фазы сорбции и объема фазы сорбции для стержней и волокон для ТФМЭ.

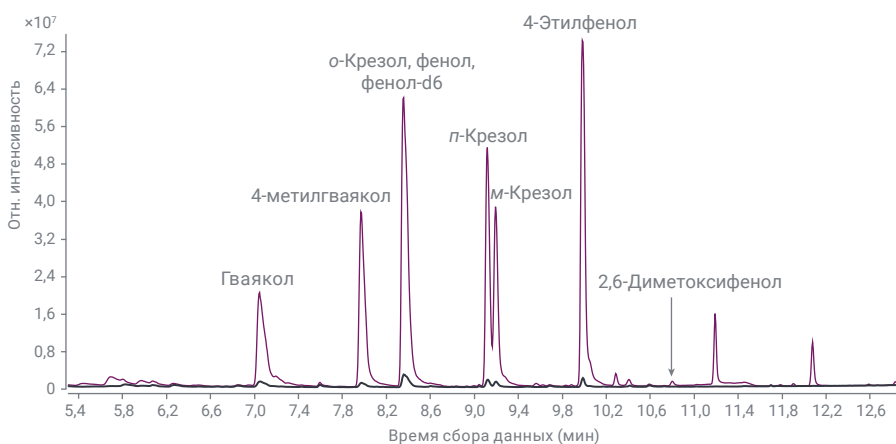


Рис. 2. Сканирование общей ионной хроматограммы соединений, образовавшихся под воздействием дыма при 50 млрд д., извлеченных с помощью волокна для ТФМЭ Agilent, ДВБ/ШС УГЛ/ПДМС/10 (кат. № 5191-5874, черная линия), и стержня для ТФМЭ Agilent, ДВБ / углерод ШС / ПДМС, 1,10 мм, 120 мкм (кат. № 5191-5861, фиолетовая линия).

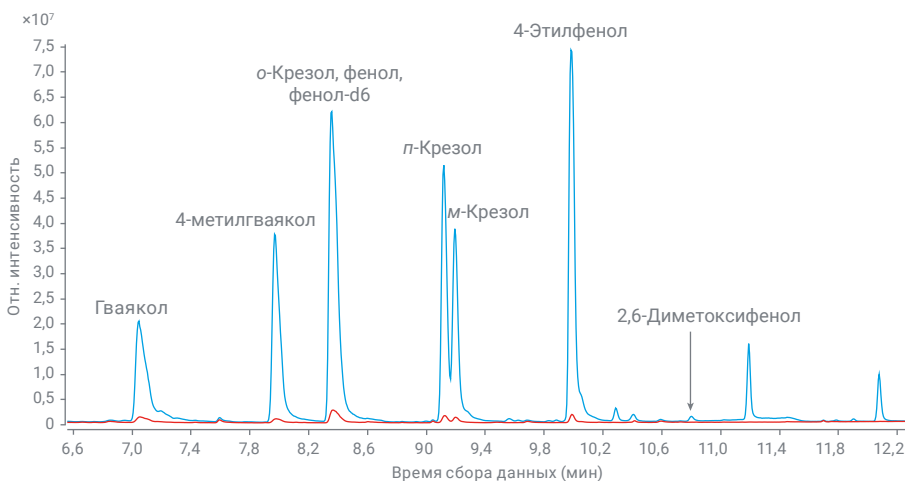


Рис. 3. Сканирование общей ионной хроматограммы соединений, образовавшихся под воздействием дыма при 50 млрд д., извлеченных с помощью стержня для ТФМЭ Agilent, ДВБ / углерод ШС / ПДМС, 1,10 мм, 120 мкм (кат. № 5191-5861). Красная линия обозначает стандарты, проанализированные без соли, а синяя линия обозначает стандарты, проанализированные с 4 г NaCl.

Сведения для заказа

Это руководство представляет собой рекомендации по подбору продукции Agilent, использованной в данном анализе, которые позволяют быстро найти нужные вам расходные материалы. Нажмите на ссылки «Мой список» * в заголовке ниже, чтобы добавить материалы в список «Избранные товары» интернет-магазина Agilent. Затем укажите количество необходимых продуктов. Ваш список будет сохранен в категории «Избранные товары» и может быть использован при составлении заказов в будущем.

Мой список колонок и расходных материалов для анализа свободных летучих фенолов в винах, подвергшихся воздействию дыма

| Описание | Кат. № |
|--|---------------------------|
| Пробоподготовка | |
| Стержень для ТФМЭ ДВБ / углерод ШС / ПДМС, 1,10 мм, 120 мкм (рекомендуется) | 5191-5861 |
| Волокно для ТФМЭ Agilent, ДВБ / УГЛ ШС / ПДМС / 10 | 5191-5874 |
| Стандарты | |
| Стандарт дыма †, раствор в метаноле; 10 мкг/мл, 1 мл | CUS-00004677 [†] |
| Внутренний стандарт [†] в метаноле; 10 мкг/мл, 1 мл | CUS-00004678 [†] |
| Сверхчистая вода для ВЭЖХ-МС InfinityLab | 5191-4498 |
| Колонки для ГХ | |
| Колонка для ГХ Agilent J&W DB-HeavyWAX, 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм | 122-7132 |
| Расходные материалы для ГХ | |
| Лайнер испарителя Agilent Ultra Inert, без деления потока, прямой, внутр. диам. 0,75 мм, рекомендуется для вводов ТФМЭ | 5190-4048 |
| Септа испарителя Advanced Green, антипригарная, 11 мм, 50 шт/уп. | 5183-4759 |
| Позолоченное уплотнение Ultra Inert, с шайбой, 1 шт/уп. | 5190-6144 |
| Самозатягивающаяся накидная гайка для подключения колонки к испарителю, с фланцем | G3440-81011 |
| Самозатягивающаяся накидная гайка для подключения колонки к МСД, с фланцем | G3440-81013 |
| Феррулы из композита 15% графит / 85% веспел, внутр. диам. 0,4 мм, 10 шт/уп. | 5181-3323 |
| Вials и крышки | |
| Вials из коричневого стекла для парофазного анализа, 20 мл, навинчивающаяся крышка 18 мм, 100 шт/уп. | 5188-6537 |
| Навинчивающаяся крышка для парофазного анализа, септа из ПТФЭ/силикона, 18 мм, 100 шт/уп. | 5188-2759 |
| Расходные материалы для МС | |
| Нить накаливания для источника EI (для систем 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A с экстрактором, инертных или из нержавеющей стали и 5975) | G7005-60061 |
| Нить накаливания для высокоэффективного источника (HES) для трехквadrупольной системы ГХ-МС Agilent 7010 | G7002-60001 |
| Газовые фильтры | |
| Набор для очистки газа-носителя Gas Clean для системы 7890 | CP17988 |
| Набор для очистки газа-носителя Gas Clean для систем 8890 и 8860 | CP179880 |
| Сменный патрон фильтра для очистки газа-носителя Gas Clean | CP17973 |



* При первом входе в интернет-магазин Agilent вам понадобится ввести адрес электронной почты для проверки подлинности учетной записи. Если у вас нет учетной записи Agilent, вам нужно будет зарегистрироваться на сайте www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos. Эта функция действует только в регионах, в которых работает интернет-магазин Agilent. Вся продукция может быть также заказана по обычным каналам продажи и распространения.

[†] Для того чтобы заказать пользовательские стандарты с этими каталожными номерами, перейдите на страницу www.agilent.com/chem/standards. В некоторых странах стандарты могут быть недоступны.

[‡] Содержит: 2,4-диметилфенол (№ CAS 105-67-9), 3,5-ксиленол (№ CAS 108-68-9), 4-этилгваякол (№ CAS 2785-89-9), крезол (2-метокси-4-метилфенол) (№ CAS 93-51-6), эвгенол (№ CAS 97-53-0), гваякол (№ CAS 90-05-1), м-крезол (№ CAS 108-39-4), о-крезол (№ CAS 95-48-7), о-этилфенол (№ CAS 90-00-6), п-крезол (№ CAS 106-44-5), фенол (№ CAS 108-95-2), 4-этилфенол (№ CAS 123-07-9), 4-этил-п-ксиленол (№ CAS 95-87-4), сирингол (№ CAS 91-10-1), 2,6-диметокси-4-метилфенол (№ CAS 6638-05-7).

[§] Содержит: фенол-d6 (№ CAS 13127-88-3), гваякол-d3 (№ CAS 74495-69-5).

Программа Agilent CrossLab: реальные идеи, реальные результаты

CrossLab — это не только оборудование, но и услуги, расходные компоненты и управление ресурсами в пределах лаборатории. Все это позволяет повысить эффективность работы, оптимизировать операции, увеличить время безотказной работы приборов, развить пользовательские навыки и многое другое.

Узнать подробнее об Agilent CrossLab и посмотреть примеры идей, которые привели к грандиозным результатам:

www.agilent.com/crosslab.

Россия

+7 495 664 73 00

+7 800 500 92 27

customercare_russia@agilent.com

Европа

info_agilent@agilent.com

Азиатско-Тихоокеанский регион

inquiry_lsca@agilent.com

DE44343.4587962963

Информация в этом документе может быть изменена без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc., 2021
Напечатано в США 22 июня 2021 г.
5994-3644RU