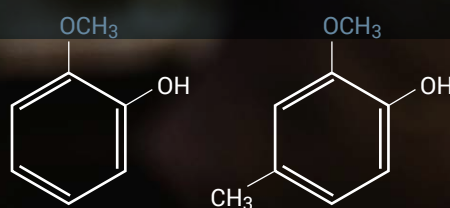
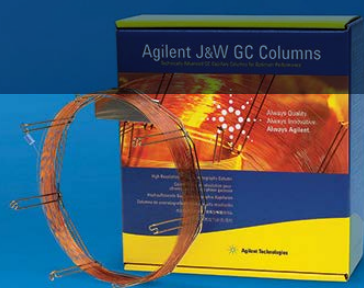


使用 GC/MS 分析烟污染 葡萄酒中的游离挥发酚

消耗品工作流程订购指南



随着全球各地森林火灾的增加，许多种植者和酿酒厂担心烟污染葡萄会导致葡萄酒产生异味

愈创木酚和 4-甲基愈创木酚已被确定为引起烟污染葡萄酒产生异味的主要挥发性芳烃。虽然葡萄酒在橡木桶中陈酿时也会导致愈创木酚和 4-甲基愈创木酚的浓度升高，但烟污染葡萄浆果中这两种化合物的比例会有所不同。橡木桶所产生的香气被视为烟雾和焦炭，而烟污染的气味更像是篝火和烟灰缸，这种气味是不希望在葡萄酒中出现的。

烟污染化合物的分析检测限必须足够灵敏，才能够检测低于 1 ppb 的浓度，这也是 GC/MS 分析中常用选择离子监测 (SIM) 或多反应监测 (MRM) 的原因。

直接分析葡萄酒难度很大，因为糖类、有机酸和其他芳香族化合物具有较强保留性。为了简化这些挥发性化合物的萃取和分析，固相微萃取 (SPME) 成为理想的萃取方法。它的普及源于：

- 操作简单
- 适合自动化
- 减少使用有机溶剂，以及
- 直接热脱附到气相色谱仪

使用安捷伦 SPME-GC/MS/MS 方法分析与烟污染相关的游离挥发酚，可实现可靠的鉴定与定量^[1]。



表 1. SPME 顶空参数

参数	设置
预老化时间	3 min
预老化温度	250 °C
孵化时间	5 min
Heatex 搅拌器速度	1000 rpm
Heatex 搅拌器温度	40 °C
样品萃取时间	10 min
样品脱附时间	3 min

表 2. Agilent 8890 气相色谱仪设置

参数	设置
进样口衬管	安捷伦超高惰性衬管，不分流，直型，0.75 mm 内径，推荐用于 SPME 进样 (部件号 5190-4048)
进样模式，温度	不分流，250 °C
控制模式	恒流 (1.2 mL/min)
色谱柱	Agilent J&W DB-HeavyWAX 气相色谱柱，30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 122-7132)
柱温箱升温程序	120 °C (保持 1 min) ; 以 10 °C/min 的速率升至 250 °C (保持 0 min) ; 再以 60 °C/min 的速率升至 280 °C (保持 0 min)

表 3. Agilent 7000D 三重四极杆 GC/MS 系统条件

参数	设置
传输线	280 °C
采集模式	dMRM
溶剂延迟	3.0 min
调谐文件	Atune.eiex
扩增	10
质谱离子源温度	280 °C
质谱四极杆温度	150 °C

选择安捷伦 SPME 纤维头还是 SPME Arrow (图 1) 是一个常见的应用问题。

安捷伦 SPME Arrow 和 SPME 纤维头 (两者均使用相同的 DVB/碳 WR/PDMS SPME 固定相) 的比较结果表明, SPME Arrow 具有比 SPME 纤维头更高的萃取效率 (图 2) [2]。使用 SPME Arrow 时, 愈创木酚和 4-甲基愈创木酚的响应分别比使用相应的 SPME 纤维头时高 4 倍和 7 倍。

此外, 箭头形状的尖端可顺利穿透样品瓶和进样器隔垫, 与传统的 SPME 纤维头相比, SPME Arrow 设计可全面保护吸附材料, 尽可能减少转移过程中的不利影响和分析物损失。

为了尽可能提高顶空挥发性成分的浓度, 可以考虑向样品基质中添加盐, 降低某些目标分析物的分配系数 (K)。添加 4 g NaCl 后, 烟污染挥发性物质的响应增强 (图 3) [3]。

参考文献

1. 使用 SPME 分析烟污染葡萄酒中的游离挥发酚, 5994-3161ZHCN
2. 比较使用 DVB/碳 WR/PDMS 固定相的 Agilent SPME Arrow 和安捷伦 SPME 纤维头对游离挥发酚的响应, 5994-3160ZHCN
3. 在 SPME 顶空应用中使用盐提高分析物浓度, 5994-3159ZHCN



图 1. SPME Arrows 和 SPME 纤维头的吸附相表面积和吸附相体积比较

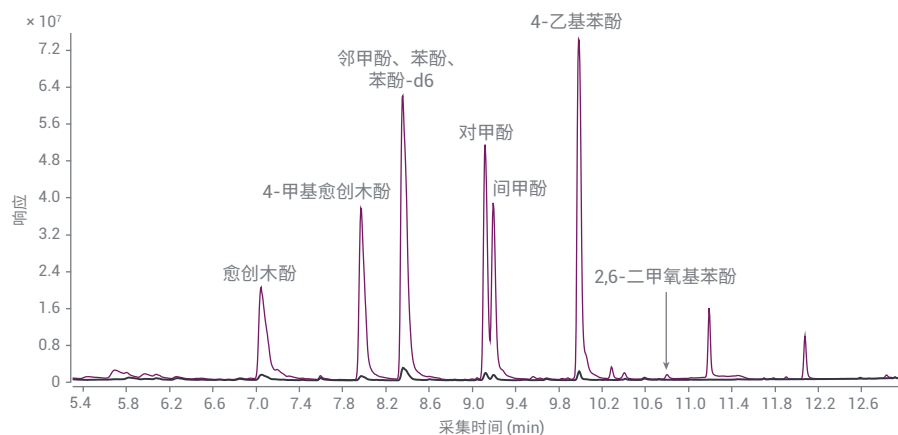


图 2. 使用安捷伦 SPME 纤维头, DVB/C-WR/PDMS/10 (部件号 5191-5874, 黑色迹线) 和 Agilent SPME Arrow, DVB/碳 WR/PDMS, 1.10 mm, 120 µm (部件号 5191-5861, 紫色迹线) 萃取的 50 ppb 烟污染化合物的 TIC 扫描结果

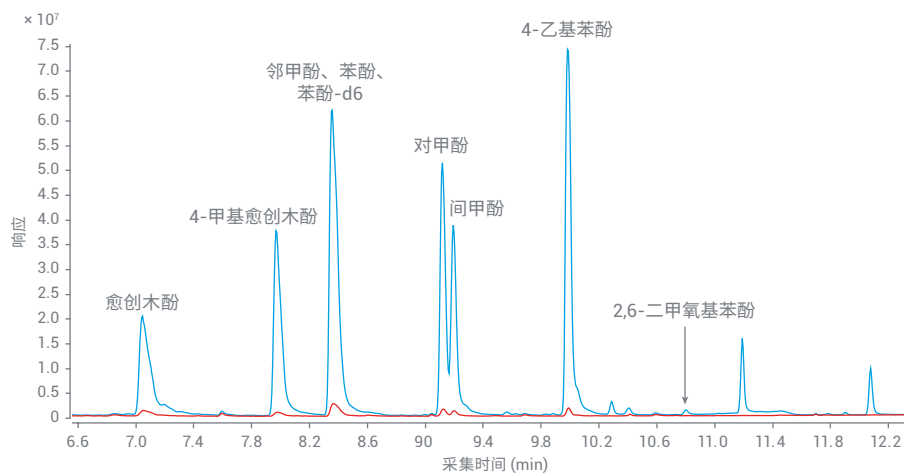


图 3. 使用 Agilent SPME Arrow, DVB/碳 WR/PDMS, 1.10 mm, 120 µm (部件号 5191-5861) 萃取 50 ppb 烟污染化合物后的 TIC 扫描。红色迹线表示运行标样时未加盐, 而蓝色迹线表示运行标样时加入了 4 g NaCl

订购信息

本指南提供关于此分析中使用的安捷伦产品的建议，因此您可以快速找到所需的产品。单击下表标题中的“我的列表”* 链接，将产品添加到安捷伦网上商城“收藏产品”列表中。然后输入您需要的产品数量，您的列表便会保留在“收藏产品”下，供您将来订购时使用。

用于分析烟污染葡萄酒中游离挥发酚的色谱柱和备件的我的列表

描述	部件号
样品前处理	
Agilent SPME Arrow DVB/碳 WR/PDMS, 1.10 mm, 120 µm (推荐)	5191-5861
安捷伦 SPME 纤维头, DVB/C-WR/PDMS/10	5191-5874
标准品	
烟雾标准品 [†] MeOH 溶液, 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004677 [†]
内标 [§] MeOH 溶液, 10 µg/mL, 1 mL	CUS-00004678 [†]
InfinityLab LCMS 级超纯水	5191-4498
气相色谱柱	
Agilent J&W DB-HeavyWAX 气相色谱柱, 30 m, 0.25 mm, 0.25 µm	122-7132
气相色谱备件	
安捷伦超高惰性衬管, 不分流, 直型, 内径 0.75 mm, 推荐用于 SPME 进样	5190-4048
进样口隔垫, 不粘连高级绿色, 11 mm, 50/包	5183-4759
超高惰性分流平板, 带垫圈, 1/包	5190-6144
手拧式柱螺帽, 带锁定环, 进样口	G3440-81011
手拧式柱螺帽, 带锁定环, MSD	G3440-81013
15% 石墨/85% Vespel 密封垫圈, 内径 0.4 mm, 10/包	5181-3323
样品瓶和瓶盖	
20 mL 棕色顶空样品瓶, 螺口, 18 mm 瓶盖, 100/包	5188-6537
顶空螺口盖, PTFE/硅橡胶隔垫, 18 mm, 100/包	5188-2759
质谱备件	
EI 灯丝 (用于 7000A/B/C/D、5977B 惰性 Plus、5977A Extractor、惰性或不锈钢和 5975 系统)	G7005-60061
用于 7010 三重四极杆 GC/MS 的 HES 灯丝	G7002-60001
气体管理	
用于 7890 的 Gas Clean 气体净化载气工具包	CP17988
用于 8890 和 8860 的 Gas Clean 气体净化载气工具包	CP179880
Gas Clean 载气净化器更换滤芯	CP17973



* 如果这是您首次使用安捷伦网上商城，需要输入电子邮件地址进行账户验证。如果您没有注册安捷伦账户，请单击 www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos 进行账号注册。该功能仅在启用了电子商务功能的地区有效。您也可以[通过客户服务中心或经销商渠道订购所有物品](#)

[†] 如需订购这些定制标准品，请访问 www.agilent.com/chem/standards。标准品在某些国家/地区不提供

[‡] 含：2,4-二甲基苯酚 (CAS 105-67-9)、3,5-二甲酚 (CAS 108-68-9)、4-乙基愈创木酚 (CAS 2785-89-9)、甲氧基酚 (2-甲氧基-4-甲基苯酚) (CAS 93-51-6)、丁香酚 (CAS 97-53-0)、愈创木酚 (CAS 90-05-1)、间甲酚 (CAS 108-39-4)、邻甲酚 (CAS 95-48-7)、邻乙基苯酚 (CAS 90-00-6)、对甲酚 (CAS 106-44-5)、苯酚 (CAS 108-95-2)、4-乙基苯酚 (CAS 123-07-9)、4-乙基对二甲苯酚 (CAS 95-87-4)、紫丁香醇 (CAS 91-10-1) 和 2,6-二甲氧基-4-甲基苯酚 (CAS 6638-05-7)

[§] 含：苯酚-d6 (CAS 13127-88-3) 和 愈创木酚-d3 (CAS 74495-69-5)

Agilent CrossLab：洞察敏锐，成就超群

CrossLab 提供仪器之外的服务、消耗品和实验室资源管理，帮助实验室提高效率、优化操作、延长仪器正常运行时间，并提升用户技能等。

如需了解关于 Agilent CrossLab 的更多信息，以及洞察敏锐、成就超群的示例，请访问 www.agilent.com/crosslab

安捷伦客户服务中心：

免费专线：800-820-3278

400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

DE44343.4587962963

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2021
2021 年 6 月 22 日，中国出版
5994-3644ZHCN