

# Analyse destillierter Spirituosen mit dem Agilent 8890 Gaschromatographie-System

## **Autor**

Brent Casper  
Agilent Technologies, Inc.  
Wilmington, DE, USA.

## **Zusammenfassung**

Die Analyse destillierter Spirituosen ist aufgrund der großen wässrigen Komponente der Probenmatrix eine schwierige Applikation für die Gaschromatographie (GC). Das Wasser in der Probe verkürzt die Lebensdauer der GC-Säule und macht eine kontinuierliche Wartung des Einlasses und der Säule durch den Benutzer notwendig. Diese Application Note zeigt, dass mit dem Agilent 8890 GC-System und einer Agilent J&W DB-WAX UI Säule genaue und wiederholte Analysen von Spirituosen durchgeführt werden können.

## Einführung

Die Popularität von amerikanischem Bourbon Whiskey hat in den letzten Jahren zugenommen. Aufgrund dieser erhöhten Nachfrage ist die Zahl der Brennereien in den USA drastisch angestiegen. Diese Zunahme bei der Herstellung von Bourbon Whiskey hat den Bedarf an schnellen und reproduzierbaren Analysen von Spirituosen erhöht.

Traditionell hat sich die Analyse destillierter Spirituosen durch die Gaschromatographie aufgrund des hohen Wassergehalts (40 bis 80 %) als schwierig erwiesen<sup>1</sup>. Normalerweise erfordert die Analyse von Proben mit einem derart hohen Wassergehalt eine umfangreiche Probenvorbereitung oder den Einsatz der Flüssigchromatographie (LC)<sup>2</sup>. Bei der Analyse von Spirituosen mit einem GC-System wird für die Trennung typischerweise eine polare Polyethylenglykol(PEG)-Säule verwendet. Polare PEG-Säulen neigen dazu, sich bei wiederholten Injektionen von Proben, die Matrices mit hohen Konzentrationen von Alkohol/Wasser enthalten, zu zersetzen. Dies macht eine häufige Wartung des Einlasses, der Säule oder von beidem durch den Benutzer erforderlich<sup>3</sup>.

Diese Application Note zeigt die Verwendung einer J&W DB-WAX UI GC-Säule in einem 8890 GC-System für die Analyse von Spirituosen. Der Arbeitsablauf umfasste wiederholte Injektionen von Bourbon Whiskey (in Reinform). Dies belegte die Eignung dieses Systems zur Analyse komplexer Proben mit schwierigen Matrices unter Beibehaltung der Retentionszeit und Flächengenauigkeit.

## Experimentelles

### Testproben

Woodford Reserve Distiller's Select Bourbon Whiskey wurde von einem Spirituosenhändler vor Ort erworben. Proben des Bourbon Whiskeys wurden dann in 2-ml-Probenflaschen für automatische Probengeber mit einem 250- $\mu$ l-Flascheneinsatz überführt und in Reinform in das GC-System injiziert.

### Geräte

Die Analyse des Bourbon Whiskeys wurde auf einem 8890 GC-System mit einem Flammenionisationsdetektor (FID) durchgeführt. Es wurde ein Split/Splitless-Einlass im Split-Modus verwendet. Als Trägergas wurde Helium in konstantem Flussmodus benutzt. Tabelle 1 führt die einzelnen Methodenparameter und Tabelle 2 eine Liste der Verbrauchsmaterialien auf.

**Tabelle 1:** GC-Methodenparameter.

Methodenparameter	
Gaschromatograph	GC der Serie 8890
Software	OpenLab CDS 2.2
Automatischer Flüssigprobengeber	Agilent 7693A automatischer Flüssigprobengeber (1- $\mu$ l-Injektionen)
Split/Splitless-Einlass	250 °C, 50:1 Split
Säule	J&W DB-WAX UI (Best.-Nr. 122-7032UI)
Säulendurchfluss	2,0 ml/min (konstanter Fluss)
Ofen	40 °C (für 4 Minuten halten), 5 °C/min bis 100 °C (nicht halten), 10 °C/min bis 200 °C (nicht halten) Methodendauer: 26 Minuten
FID	250 °C 400 ml/min Luft 30 ml/min Wasserstoff 25 ml/min Stickstoff

**Tabelle 2:** Liste der verwendeten Verbrauchsmaterialien von Agilent.

Verbrauchsmaterialien	Bestellnummer
Schraubverschlusskappen mit Septen	5185-5820
2-ml-Schraubverschluss-Probenflaschen	5182-0716
Probenflascheneinsatz (250 $\mu$ l)	5181-8872
ALS-Spritze, blau, 10 $\mu$ l, PTFE-Kolben	G4513-80203
Inerte Septen, Advanced Green	5183-4759
O-Ring für Einlass-Liner, antihaftend	5188-5365
Inerter Liner, Ultra Inert, Split, geringer Druckabfall	5190-2295
J&W DB-WAX Ultra Inert, 30 m $\times$ 0,25 mm, 0,25- $\mu$ l-Säule	122-7032UI
J&W DB-WAX Ultra Inert, 20 m $\times$ 0,18 mm, 0,18- $\mu$ l-Säule	121-7022UI

## Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 1 zeigt ein Beispiel für ein Chromatogramm der Analyse von Woodford Reserve Bourbon Whiskey (in Reinform) durch ein GC/FID-System. Aufgrund des hohen Ethanolgehalts der Probe (45 %) ist der Ethanolpeak viel höher (Peak 3) als der von Nebenkomponenten. Die Verwendung der Agilent J&W DB-WAX UI Säule gewährleistet eine hervorragende Peakform für andere schwierige Analyten von Interesse. Dazu gehören Alkohole, Ester und

organische Säuren, die in viel niedrigeren Konzentrationen vorhanden sind. Diese Nebenbestandteile von Bourbon Whiskey liegen der Vielfalt an komplexen Aromen dieser Spirituose zugrunde<sup>1</sup>.

Da es in Bourbon eine Vielfalt von Analyten von Interesse gibt, ist ein inerte GC-Flussweg erforderlich, wenn wiederholte Analysen durchgeführt werden. Die Verwendung einer Agilent J&W DB-WAX UI Säule ermöglicht die Analyse zahlreicher Injektionen von Bourbon Whiskey (in Reinform) ohne eine wiederholte Säulenwartung.

Es wurde eine Stabilitätsanalyse mit wiederholten Injektionen von Bourbon Whiskey durchgeführt. Abbildung 2 zeigt die gestapelten FID-Chromatogramme der 1. und 400. Injektion der Bourbonprobe. Abbildung 2 zeigt, dass die Retentionszeitstabilität und die Peakform über die 400 Injektionen konstant gehalten wurden. Dies belegt die Robustheit des 8890 GC-Systems und der Agilent J&W DB-WAX UI Säule. Zudem wurde für chromatographisch schwierige Verbindungen wie Essigsäure (Peak 7) minimales Peak tailing nach 400 wiederholten Injektionen beobachtet.

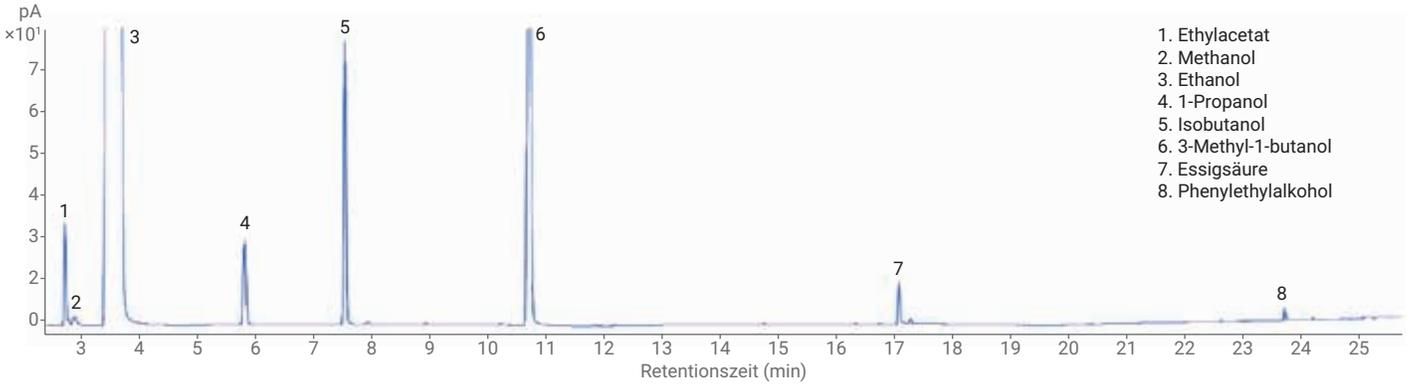


Abbildung 1: Beispielchromatogramm für die Analyse von Woodford Reserve Distiller's Select Bourbon Whiskey.

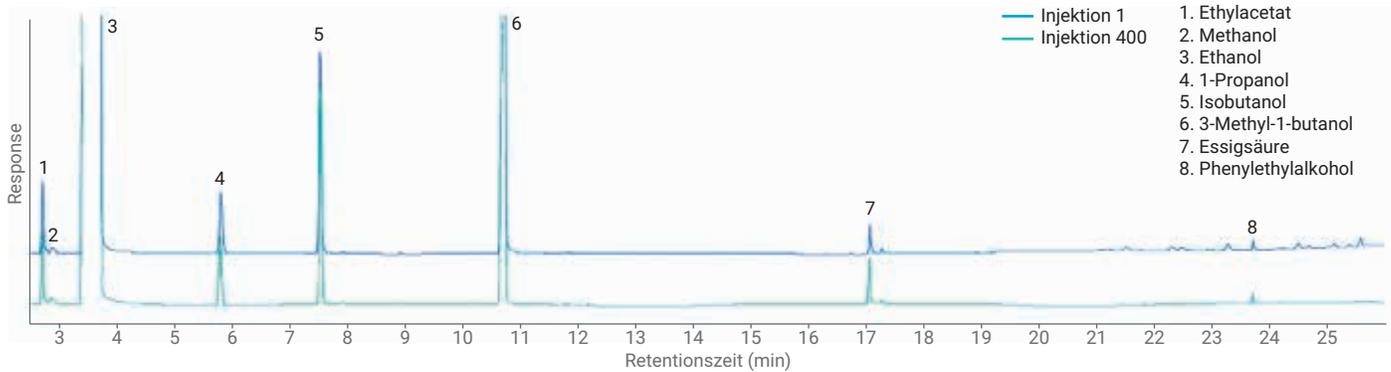


Abbildung 2: Gestapelte Beispielchromatogramme für die 1. und 400. Injektion von Woodford Reserve Distiller's Select Bourbon.

Eine weitere Versuchsreihe zielte darauf ab, den Durchsatz durch eine Reduzierung der GC-Analysendauer, die für die Analyse von Spirituosen erforderlich ist, zu erhöhen. Dazu wurden zwei verschiedene Ansätze untersucht. Als Erstes wurde eine Säule mit kleinerem Innendurchmesser (ID) und ähnlicher stationärer Phase installiert. Als Zweites wurde Wasserstoff als Trägergas verwendet. Abbildung 3 führt die Methodenparameter auf, die mit der Säule mit dem kleineren Innendurchmesser sowohl mit Helium als auch mit Wasserstoff als Trägergas verwendet wurden. Mithilfe des Methodentranslators wurde die

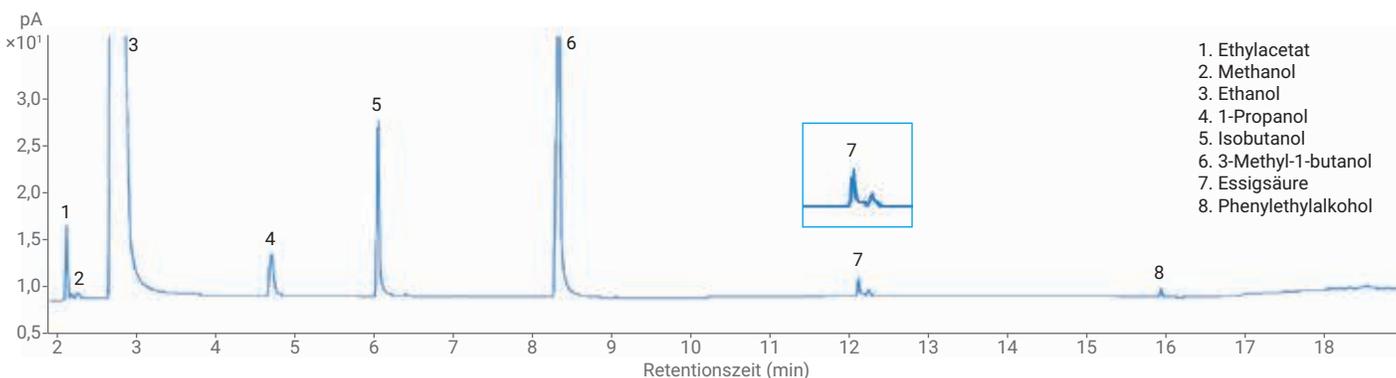
Methode von einer 30 m × 0,25 mm, 0,25-µm-Säule auf eine 20 m × 0,18 mm, 0,18-µm-Säule übertragen.

Abbildung 3 zeigt die Ergebnisse der Analyse des Woodford Reserve Bourbon Whiskeys mit Helium als Trägergas auf der Säule mit dem kleineren Innendurchmesser von 0,18 mm. Die ursprüngliche Analysendauer von 26 Minuten wurde mit der Säule mit dem kleineren Innendurchmesser auf 19 Minuten reduziert. Für die Analyten von Interesse wurden selbst mit dieser kürzeren Analysendauer gute Peakformen erzielt. Ein Beispiel ist die organische Säure, die als Peak 7 in Abbildung 3 gezeigt ist.

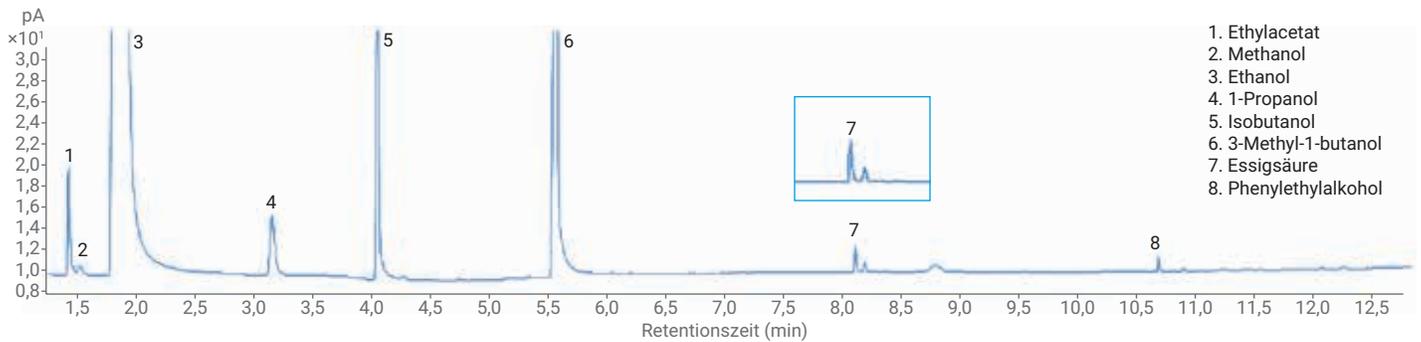
Der Wechsel von Helium zu Wasserstoff als Trägergas senkte die Analysendauer für die Spirituosen weiter auf 12,8 Minuten. Abbildung 4 zeigt das Chromatogramm, für das eine 20 m × 0,18 mm, 0,18-µm-Säule mit Wasserstoff als Trägergas verwendet wurde. Der Wechsel zu Wasserstoff als Trägergas und einem kleineren Säuleninnendurchmesser ermöglicht eine Halbierung der ursprünglichen Analysendauer von 26 auf 13 Minuten (Abbildung 1) unter gleichzeitiger Beibehaltung der Peakformen für die Analyten von Interesse.

**Tabelle 3:** Methodenparameter für die Analyse auf der 0,180-mm-ID-Säule.

	Helium als Trägergas	Wasserstoff als Trägergas
Split/Splitless-Einlass	250 °C, 200:1 Split	250 °C, 200:1 Split
Säule	J&W DB-WAX UI (Best.-Nr. 121-7022UI)	J&W DB-WAX UI (Best.-Nr. 121-7022UI)
Säulendurchfluss	1,0 ml/min (konstanter Fluss)	1,2 ml/min (konstanter Fluss)
Ofen	40 °C (4 Minuten halten); 8,8 °C/min bis 100 °C (nicht halten); 17 °C/min bis 200 °C (2,3 Minuten halten) Methodendauer: 19,01 Minuten	40 °C (2,67 Minuten halten); 13 °C/min bis 100 °C (nicht halten); 25 °C/min bis 200 °C (1,54 Minuten halten) Methodendauer: 12,83 Minuten
FID	250 °C 400 ml/min Luft 30 ml/min Wasserstoff 25 ml/min Stickstoff	250 °C 400 ml/min Luft 30 ml/min Wasserstoff 25 ml/min Stickstoff



**Abbildung 3:** Analyse von Woodford Reserve Bourbon Whiskey auf einer 0,180-mm-ID-Säule mit Helium als Trägergas.



**Abbildung 4:** Analyse von Woodford Reserve Bourbon Whiskey auf einer 0,180-mm-ID-Säule mit Wasserstoff als Trägergas.

## Abschließende Bemerkungen

Die Analyse wässriger Proben wie destillierter Spirituosen stellt für die Gaschromatographie eine besondere Herausforderung dar. Das 8890 GC-System mit einer Agilent J&W DB-WAX UI Säule zeigt, dass ein inerte Flussweg reproduzierbare Ergebnisse über 400 Injektionen wässriger Proben hinweg erzielen kann. Mithilfe der Methodenübertragung und einer Säule mit kleinerem Innendurchmesser kann die Analysendauer auf einfache Weise verringert und der Probendurchsatz erhöht werden.

## Literatur

1. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column. *Agilent Technologies Application Note*, Publikationsnummer 5991-6638EN (2016)
2. Ng, L.; Lafontaine, P.; Harnois, J. Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of Acids and Phenols in Distilled Alcohol Beverages. Application of Anion-Exchange Disk Extraction Combined with In-Vial Solution and Silylation, *J. Chromatogr. A* **2000**, *873(1)*, 29–38.
3. MacNamara, K.; Lee, M.; Robbat Jr., A. Rapid Gas Chromatographic Analysis of Less Abundant Compounds in Distilled Spirits by Direct Injection with Ethanol-Water Venting and Mass Spectrometric Data Deconvolution. *J. Chromatogr. A* **2010**, *1217(1)*, 136-142.
4. Fitzgerald, G.; *et al.* Characterization of Whiskeys Using Solid-Phase Microextraction with Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *J. Chromatogr. A* **2000**, *896(1–2)*, 351–359.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2018  
Gedruckt in den USA, 7. Dezember 2018  
5994-0487DEE