

Analisi di liquori distillati con un gascromatografo Agilent 8890

Autore

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

Abstract

L'analisi di liquori distillati è un'applicazione complessa in gascromatografia (GC) a causa dell'abbondante componente acquosa della matrice del campione. L'acqua all'interno del campione riduce la durata della colonna per GC e obbliga l'utilizzatore a una continua manutenzione dell'iniettore e della colonna. Questa Nota applicativa dimostra la capacità di un sistema GC Agilent 8890 con una colonna Agilent J&W DB-WAX UI di effettuare con precisione l'analisi ripetuta di liquori.

Introduzione

Negli ultimi anni, la popolarità del bourbon whiskey americano è andata aumentando. Per soddisfare questa crescente richiesta, in tutti gli Stati Uniti si è verificato un aumento notevole delle distillerie. L'incremento della produzione di bourbon ha portato alla necessità di poter effettuare un'analisi rapida e riproducibile dei liquori.

Tradizionalmente, l'analisi dei liquori distillati mediante GC si è dimostrata difficile a causa del loro elevato contenuto di acqua (dal 40 all'80%)¹. Normalmente, l'analisi di un campione con un così elevato contenuto di acqua necessita di una significativa preparazione del campione o dell'uso della cromatografia liquida (LC)². Quando l'analisi dei liquori viene effettuata in GC, per la separazione generalmente si utilizza una colonna polare in polietilenglicole (PEG). Le colonne polari in PEG tendono a degradarsi in caso di iniezioni ripetute di campioni contenenti matrici con concentrazioni elevate di alcol/acqua. L'utilizzatore deve quindi effettuare una manutenzione frequente dell'iniettore o della colonna, o di entrambi³.

Questa Nota applicativa mostra l'uso di una colonna per GC J&W DB-WAX UI con un sistema GC 8890 per l'analisi dei liquori. Il flusso di lavoro prevedeva iniezioni ripetute di bourbon tal quale. In questo modo è stata dimostrata la capacità del sistema di analizzare campioni complessi con matrici problematiche e di preservare la precisione del tempo di ritenzione e delle aree.

Condizioni sperimentali

Campioni testati

Il bourbon Woodford Reserve Distiller's Select è stato acquistato da un rivenditore locale di liquori. Campioni di bourbon sono stati quindi trasferiti in un vial per autocampionatore da 2 mL con inserto da 250 µL e iniettati tal quali nel GC.

Strumento

L'analisi del bourbon è stata completata su un GC 8890 con rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID). È stato utilizzato un iniettore split/splitless in modalità split. Come gas di trasporto è stato usato elio in modalità a flusso costante. La Tabella 1 fornisce i parametri dettagliati del metodo e la Tabella 2 presenta un elenco dei prodotti di consumo.

Tabella 1. Condizioni del metodo GC.

Parametri del metodo	
Gasromatografo	Sistema GC serie 8890
Software	OpenLab CDS 2.2
Campionatore automatico per liquidi	Campionatore automatico per liquidi Agilent 7693A (iniezione di 1 µL)
Iniettore (split/splitless)	250 °C, splittaggio 50:1
Colonna	J&W DB-WAX UI (codice 122-7032UI)
Flusso in colonna	2,0 mL/min (flusso costante)
Forno	40 °C (isoterma per 4 minuti), 5 °C/min fino a 100 °C (nessuna isoterma), 10 °C/min fino a 200 °C (nessuna isoterma) Durata del metodo: 26 minuti
FID	250 °C aria 400 mL/min idrogeno 30 mL/min azoto 25 mL/min

Tabella 2. Elenco dei prodotti di consumo Agilent utilizzati.

Prodotti di consumo	Codice
Tappi a vite con setti	5185-5820
Vial con chiusura a vite da 2 mL	5182-0716
Inserto per vial (250 µL)	5181-8872
Siringa per ALS, blue line, 10 µL, pistone in PTFE	G4513-80203
Setti inerti, Advanced Green	5183-4759
O-ring per liner per iniettore, non-stick	5188-5365
Liner inerte, Ultra Inert, split, a bassa caduta di pressione	5190-2295
Colonna J&W DB-WAX Ultra Inert, 30 m x 0,25 mm, 0,25 µL	122-7032UI
Colonna J&W DB-WAX Ultra Inert, 20 m x 0,18 mm, 0,18 µL	121-7022UI

Risultati e discussione

La Figura 1 mostra un esempio di cromatogramma dell'analisi del bourbon Woodford Reserve mediante GC/FID. A causa dell'elevato contenuto di etanolo del campione (45%), il picco dell'etanolo (picco 3) è molto più largo di quello dei componenti minori. L'uso della colonna J&W DB-WAX UI fornisce un'eccellente forma dei picchi per gli altri analiti problematici di interesse. Questi includono alcoli, esteri e acidi organici,

che sono presenti in concentrazioni molto più basse. Questi componenti minori del bourbon contribuiscono a creare la varietà di aromi complessi presenti nel liquore¹.

A causa della varietà di analiti di interesse presenti nel bourbon, è necessario un percorso di flusso GC inerte quando si effettuano analisi ripetute. L'uso di una colonna J&W DB-WAX UI permette di effettuare l'analisi di più iniezioni di bourbon tal quale senza dover ripetere la manutenzione della colonna.

Uno studio di stabilità è stato condotto su iniezioni ripetute di bourbon. La Figura 2 mostra i cromatogrammi FID sovrapposti della 1a e della 400a iniezione del campione di bourbon.

La Figura 2 mostra che la stabilità del tempo di ritenzione e la forma dei picchi si sono mantenute costanti durante le 400 iniezioni. Ciò dimostra la robustezza del sistema GC 8890 e della colonna J&W DB-WAX UI. È stato anche osservato uno scodamento minimo dei picchi di composti cromatograficamente complessi, come l'acido acetico (picco 7), dopo 400 iniezioni ripetute.

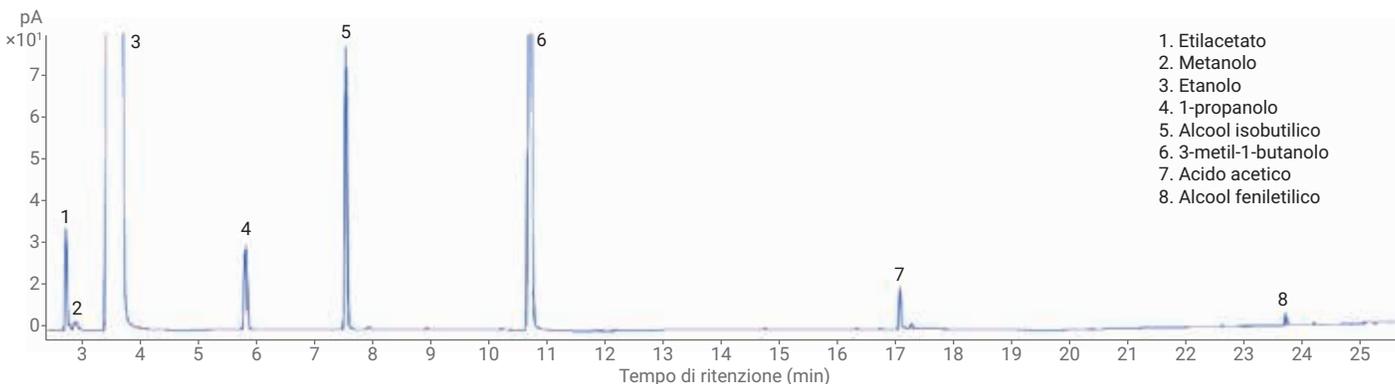


Figura 1. Esempio di cromatogramma dell'analisi del bourbon Woodford Reserve Distiller's Select.

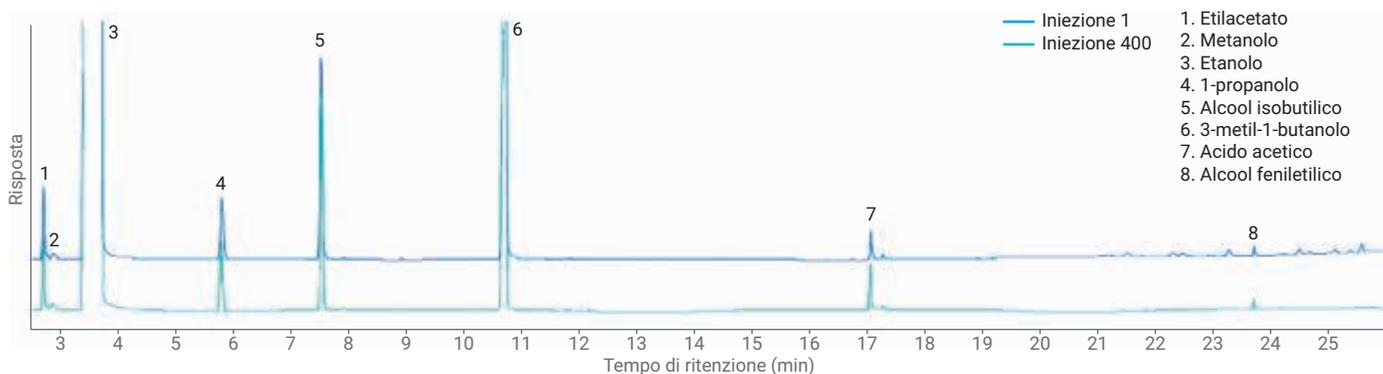


Figura 2. Esempio di cromatogrammi sovrapposti della 1a e della 400a iniezione del bourbon Woodford Reserve Distiller's Select.

Un altro gruppo di esperimenti aveva come obiettivo quello di aumentare la produttività riducendo il tempo di analisi GC richiesto per i liquori. Per ridurre il tempo di analisi sono stati studiati due diversi approcci. Nel primo è stata installata una colonna con un diametro interno (d.i.) più piccolo e una fase stazionaria simile. Nel secondo è stato usato idrogeno come gas di trasporto. La Tabella 3 presenta i parametri del metodo usati con la colonna di d.i. più piccolo ed elio e idrogeno come gas di trasporto. Per facilitare il trasferimento del metodo da una colonna da

30 m × 0,25 mm, 0,25 µm a una colonna da 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm è stato usato il Method translator.

La Figura 3 mostra i risultati dell'analisi del bourbon Woodford Reserve con elio come gas di trasporto sulla colonna con d.i. inferiore, pari a 0,18 mm. Il tempo di analisi originario di 26 minuti è stato ridotto a 19 minuti usando la colonna con d.i. inferiore. Si è ottenuta una buona forma dei picchi degli analiti di interesse anche con questo tempo di analisi più breve. Un esempio è l'acido organico indicato come picco 7 nella Figura 3.

Il passaggio da elio a idrogeno come gas di trasporto ha ulteriormente ridotto il tempo di analisi dei liquori a 12,8 minuti. La Figura 4 mostra il cromatogramma ottenuto usando una colonna da 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm con idrogeno come gas di trasporto. Passare all'idrogeno come gas di trasporto e a una colonna con d.i. inferiore permette di ridurre il tempo di analisi della metà (da 26 a 13 minuti) rispetto a quello originario (Figura 1), mantenendo nel contempo costante la forma dei picchi degli analiti di interesse.

Tabella 3. Condizioni del metodo per l'analisi con colonna da 0,180 mm d.i.

	Gas di trasporto elio	Gas di trasporto idrogeno
Iniettore (split/splitless)	250 °C, split 200:1	250 °C, split 200:1
Colonna	J&W DB-WAX UI (codice 121-7022UI)	J&W DB-WAX UI (codice 121-7022UI)
Flusso in colonna	1,0 mL/min (flusso costante)	1,2 mL/min (flusso costante)
Forno	40 °C (isoterma per 4 minuti), 8,8 °C/min fino a 100 °C (nessuna isoterma); 17 °C/min fino a 200 °C (isoterma per 2,3 minuti) Durata del metodo: 19,01 minuti	40 °C (isoterma per 2,67 minuti), 13 °C/min fino a 100 °C (nessuna isoterma); 25 °C/min fino a 200 °C (isoterma per 1,54 minuti) Durata del metodo: 12,83 minuti
FID	250 °C aria 400 mL/min idrogeno 30 mL/min azoto 25 mL/min	250 °C aria 400 mL/min idrogeno 30 mL/min azoto 25 mL/min

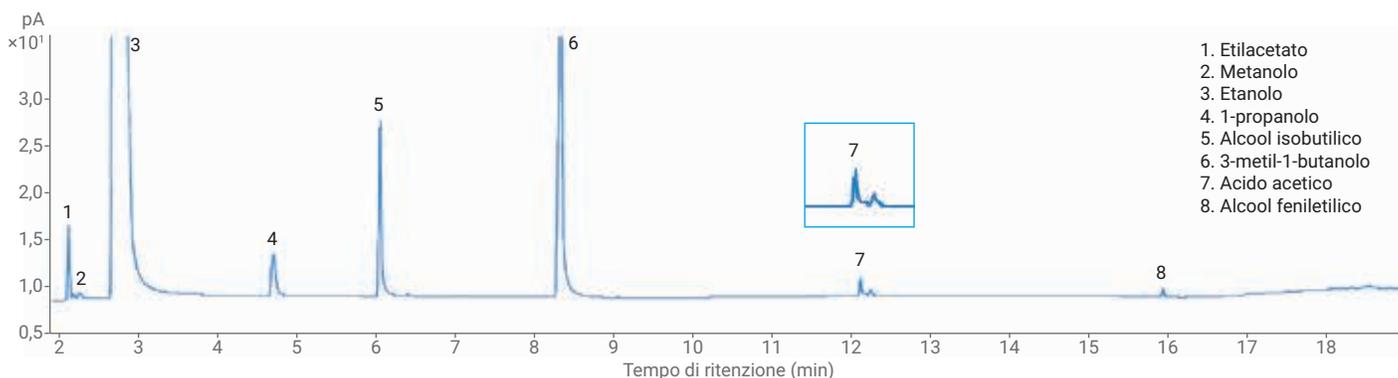


Figura 3. Analisi del bourbon Woodford Reserve con una colonna da 0,180 mm d.i. ed elio come gas di trasporto.

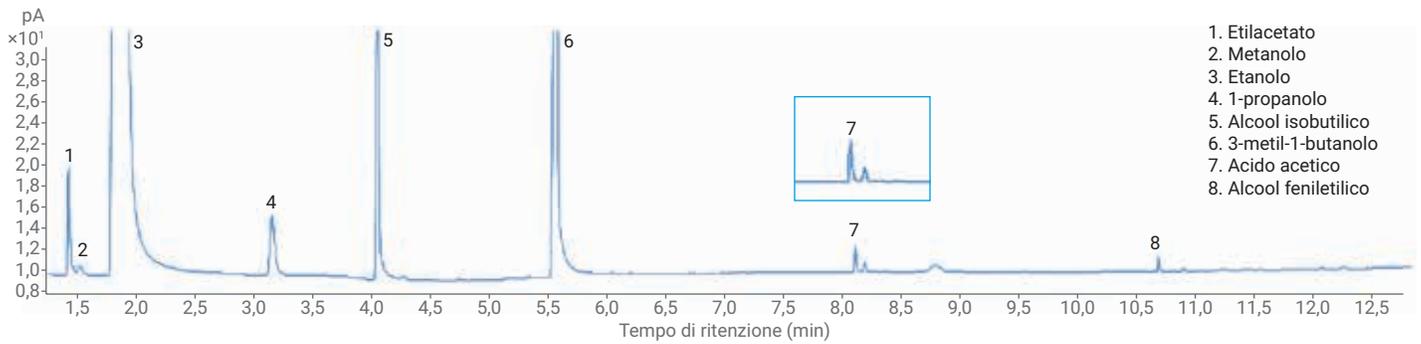


Figura 4. Analisi del bourbon Woodford Reserve con una colonna da 0,180 mm d.i. e idrogeno come gas di trasporto.

Conclusioni

L'analisi di campioni acquosi, come i liquori distillati, rappresenta una sfida unica per la GC. Il sistema GC 8890 con una colonna J&W DB-WAX UI dimostra la capacità di un percorso di flusso inerte di fornire risultati ripetibili nel corso di 400 iniezioni di campioni acquosi. Per ridurre il tempo di analisi e migliorare la produttività dei campioni si possono anche sfruttare la conversione dei metodi e una colonna con d.i. inferiore.

Bibliografia

1. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column. *Agilent Technologies Application Note*, publication 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

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Stampato negli Stati Uniti, 7 dicembre 2018
5994-0487ITE