

Análise de bebidas destiladas usando um sistema de cromatografia gasosa Agilent 8890

Autor

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

Resumo

A análise de bebidas destiladas é uma aplicação desafiadora para cromatografia gasosa (GC) devido ao grande componente aquoso da matriz de amostras. A água dentro da amostra encurta a vida útil da coluna do GC e exige que o usuário execute manutenção contínua do injetor e da coluna. Esta nota de aplicação demonstra a capacidade de um sistema de GC Agilent 8890 com uma coluna Agilent J&W DB-WAX UI para executar com precisão as repetidas análises de bebidas destiladas.

Introdução

Nos últimos anos, a popularidade do uísque bourbon americano tem aumentado. Para atender a essa demanda crescente, houve um crescimento dramático nas destilarias nos Estados Unidos. Este aumento na produção de uísque bourbon forneceu uma necessidade de análise rápida e reproduzível de bebidas destiladas.

Tradicionalmente, a análise de bebidas alcoólicas destiladas por GC mostrou-se difícil devido ao alto teor de água (40 a 80%)¹. Normalmente, a análise de uma amostra com um teor de água tão elevado requer um preparo de amostras significativo ou a utilização de cromatografia líquida (LC)². Quando a análise de bebidas destiladas é realizada com GC, uma coluna polar de polietilenoglicol (PEG) é tipicamente usada para separação. Colunas de PEG polares tendem a se degradar com injeções repetidas de amostras contendo matrizes com altas concentrações de álcool/água. Isso requer que o usuário faça manutenção frequente no injetor ou na coluna ou ambas³.

Esta Nota de aplicação demonstra o uso de uma coluna para GC J&W DB-WAX UI em um sistema de GC 8890 para a análise de bebidas destiladas. O fluxo de trabalho envolveu injeções repetidas de uísque bourbon puro. Isso demonstrou a capacidade desse sistema de analisar amostras complexas com matrizes desafiadoras e manter o tempo de retenção e a precisão da área.

Parte experimental

Amostras de teste

O uísque bourbon Select, da Woodford Reserve Distiller, foi comprado em um fornecedor local de bebidas destiladas. As amostras de uísque bourbon foram então transferidas para um vial de amostrador automático de 2 mL com um insert de vial de 250 µL, e foram injetadas puras no GC.

Tabela 1. Condições do método do GC.

Parâmetros do método	
Cromatógrafo gasoso	GC série 8890
Software	OpenLab CDS 2.2
Amostrador automático de líquidos	Amostrador automático de líquidos Agilent 7693A (injeção de 1 µL)
Injetor (split/splitless)	250°C, split de 50:1
Coluna	J&W DB-WAX UI (p/n 122-7032UI)
Fluxo da coluna	2,0 mL/min (fluxo constante)
Forno	40°C (manter por 4 minutos), 5°C/min até 100°C (sem manter), 10°C/min até 200°C (sem manter) Tempo do método: 26 minutos
FID	250°C 400 mL/min de ar 30 mL/min de hidrogênio 25 mL/min de nitrogênio

Tabela 2. Lista dos consumíveis Agilent utilizados.

Consumíveis	Part number
Tampas rosqueáveis com septo	5185-5820
Vials rosqueáveis de 2 mL	5182-0716
Insert de vial (250 µL)	5181-8872
Seringa de ALS, azul, 10 µL, êmbolo de PTFE	G4513-80203
Septo inerte, Advanced green	5183-4759
O-ring do liner do injetor, antiaderente	5188-5365
Liner inerte, Ultra Inert, split, queda de pressão baixa	5190-2295
Coluna J&W DB-WAX Ultra Inert, 30 m × 0,25 mm, 0,25 µL	122-7032UI
Coluna J&W DB-WAX Ultra Inert, 20 m × 0,18 mm, 0,18 µL	121-7022UI

Instrumentação

A análise do uísque bourbon foi concluída em um GC 8890 com um detector de ionização de chama (FID). Um injetor split/splitless foi usado em modo split. O gás de arraste hélio foi usado no modo de fluxo constante. A Tabela 1 fornece parâmetros detalhados do método e a Tabela 2 apresenta uma lista de consumíveis.

Resultados e discussão

A Figura 1 mostra um exemplo de cromatograma da análise do uísque bourbon Woodford Reserve puro por GC/FID. Devido ao alto teor de etanol (45%), o pico de etanol (pico 3) é muito maior do que os componentes menores. O uso da coluna J&W DB-WAX UI fornece um excelente formato do pico para outros analitos de interesse desafiantes. Estes incluem álcoois, ésteres e ácidos orgânicos, que estão presentes em concentrações

muito menores. Esses componentes secundários do uísque bourbon ajudam a compor a variedade de sabores complexos que estão presentes nas bebidas destiladas¹.

Devido à variedade de analitos de interesse presentes no bourbon, uma trajetória de fluxo inerte de GC é necessária quando análises repetidas são realizadas. O uso de uma coluna J&W DB-WAX UI permite a análise de múltiplas injeções de uísque bourbon puro, sem manutenção repetida da coluna.

Um estudo de estabilidade foi realizado com injeções repetidas de uísque bourbon. A Figura 2 mostra os cromatogramas FID empilhados da 1^a e 400^a injeção da amostra de bourbon. A Figura 2 mostra que a estabilidade do tempo de retenção e a forma do pico foram mantidas constantes ao longo das 400 injeções. Isso demonstra a robustez do sistema de GC 8890 e da coluna J&W DB-WAX UI. Observou-se também uma cauda no pico mínimo a partir de compostos cromatograficamente desafiadores, tais como ácido acético (pico 7) após 400 injeções repetidas.

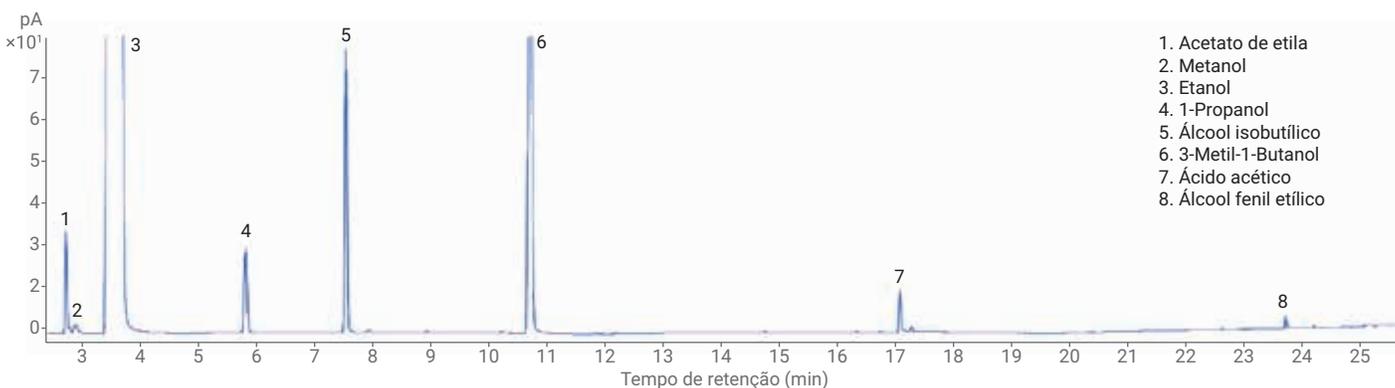


Figura 1. Exemplo de cromatograma da análise do uísque bourbon Select da Woodford Reserve Distiller.

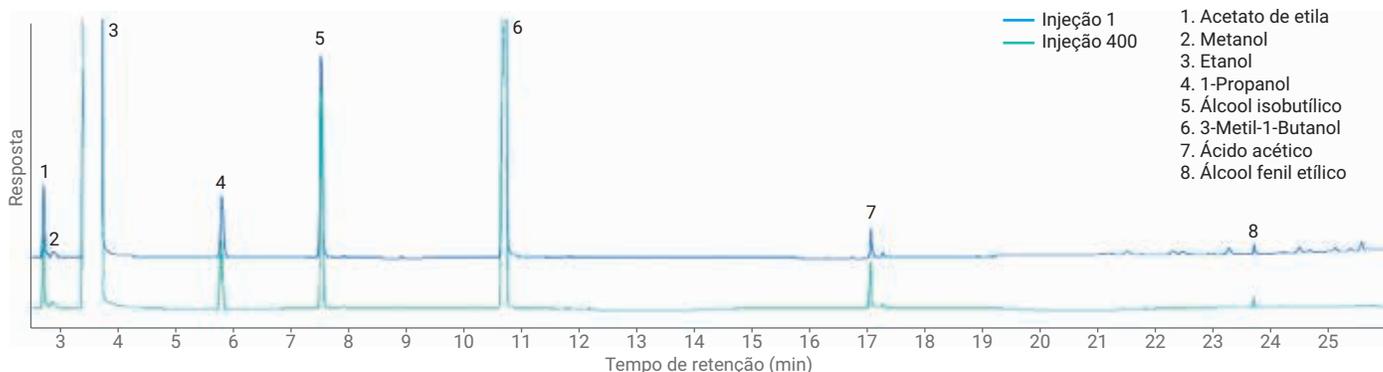


Figura 2. Exemplo do cromatograma empilhado da 1^a e 400^a injeção do bourbon Select da Woodford Reserve Distiller.

Outro conjunto de experimentos visava aumentar o rendimento reduzindo o tempo de corrida do GC necessário para a análise de bebidas destiladas. Para diminuir o tempo analítico, duas abordagens diferentes foram investigadas. Primeiro, uma coluna com menor diâmetro interno (DI) e fase estacionária similar foi instalada. Em segundo lugar, utilizou-se hidrogênio como gás de arraste. A Tabela 3 fornece os parâmetros do método usados com a coluna de DI menor, tanto com hélio quanto com hidrogênio como gás de arraste. O tradutor de método foi utilizado para auxiliar na

transferência do método de uma coluna de 30 m x 0,25 mm, 0,25 µm para uma coluna de 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm.

A Figura 3 mostra os resultados para a análise do uísque bourbon Woodford Reserve com gás de arraste hélio na coluna menor de 0,18 mm de DI. O tempo original de análise de 26 minutos foi reduzido para 19 minutos usando a coluna de DI menor. Bons formatos de pico para os analitos de interesse foram obtidos mesmo com o tempo de análise mais curto. Um exemplo é o ácido orgânico indicado como pico 7 na Figura 3.

Mudar o gás de arraste hélio para hidrogênio reduziu ainda mais o tempo de análise das bebidas alcoólicas para 12,8 minutos. A Figura 4 mostra o cromatograma usando uma coluna de 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm com gás de arraste hidrogênio. A mudança para gás de arraste hidrogênio e o uso de uma coluna de DI menor permite que o tempo de análise seja reduzido à metade (26 a 13 minutos) do tempo de análise original (Figura 1), mantendo o formato do pico dos analitos de interesse.

Tabela 3. Condições do método para análise da coluna de 0,180 mm de DI.

	Gás de arraste hélio	Gás de arraste hidrogênio
Injetor (split/splitless)	250°C, split de 200:1	250°C, split de 200:1
Coluna	J&W DB-WAX UI (p/n 121-7022UI)	J&W DB-WAX UI (p/n 121-7022UI)
Fluxo da coluna	1,0 mL/min (fluxo constante)	1,2 mL/min (fluxo constante)
Forno	40°C (manter por 4 minutos); 8,8°C/min até 100°C (sem manter); 17°C/min até 200°C (manter por 2,3 minutos) Tempo do método: 19,01 minutos	40°C (manter por 2,67 minutos); 13°C/min até 100°C (sem manter); 25°C/min até 200°C (manter por 1,54 minutos) Tempo do método: 12,83 minutos
FID	250°C 400 mL/min de ar 30 mL/min de hidrogênio 25 mL/min de nitrogênio	250°C 400 mL/min de ar 30 mL/min de hidrogênio 25 mL/min de nitrogênio

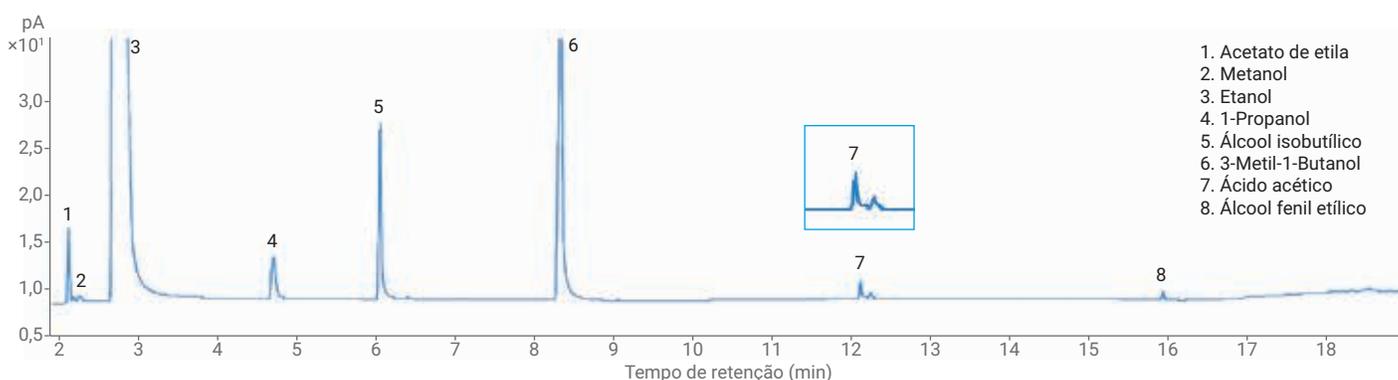


Figura 3. Análise do uísque bourbon da Woodford Reserve em uma coluna de 0,180 mm de DI com gás de arraste hélio.

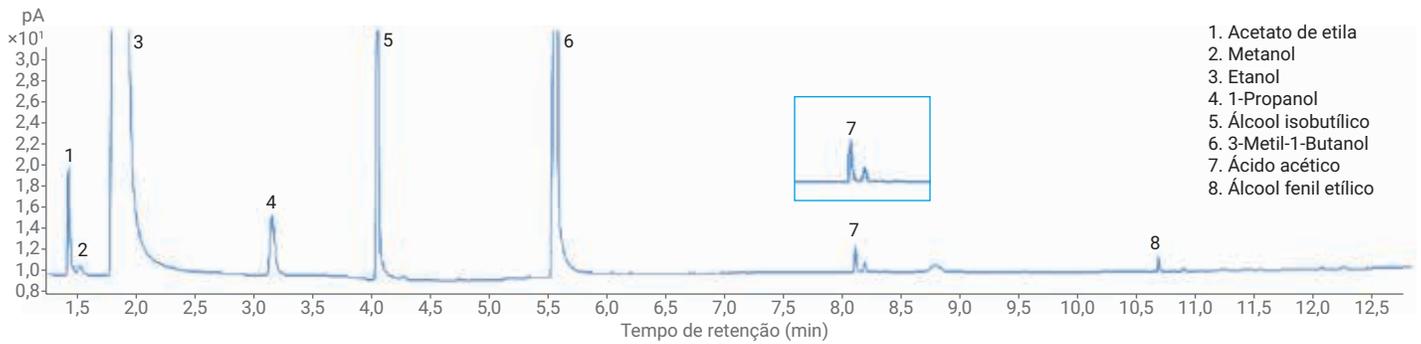


Figura 4. Análise do uísque bourbon da Woodford Reserve em uma coluna de 0,180 mm de DI com gás de arraste hidrogênio.

Conclusão

A análise de amostras aquosas, como bebidas destiladas, fornece um desafio único ao GC. O sistema de GC 8890 com uma coluna J&W DB-WAX UI demonstra a capacidade de uma trajetória de fluxo inerte para fornecer resultados reprodutíveis ao longo de 400 injeções de amostras aquosas. Etapas simples também podem ser executadas com a ajuda da tradução do método e de uma coluna de DI menor para ajudar a reduzir o tempo de análise e melhorar a produtividade das amostras.

Referências

1. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column. *Nota de aplicação da Agilent Technologies*, publicação 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

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2018
Impresso nos EUA, 7 de dezembro de 2018
5994-0487PTBR