

Анализ крепких алкогольных напитков с помощью системы газовой хроматографии Agilent 8890

Автор

Brent Casper (Брент Каспер)
Agilent Technologies, Inc.
Уилмингтон, Делавэр, США

Аннотация

Анализ крепких алкогольных напитков всегда был для газовой хроматографии сложной задачей из-за большого содержания воды в пробах. Вода в пробах сокращает срок службы колонки ГХ и заставляет пользователей постоянно заниматься обслуживанием испарителя и колонки. Данные методические рекомендации демонстрируют возможности системы газовой хроматографии Agilent 8890 с колонкой Agilent J&W DB-WAX UI для точного и воспроизводимого анализа алкогольных напитков.

Введение

В последние годы в мире растет популярность американского бурбона. Чтобы удовлетворить растущий спрос, количество винокуренных заводов в США значительно выросло. С увеличением объемов производства бурбона появился спрос на быстрый и воспроизводимый метод анализа алкогольных напитков.

Анализ крепких алкогольных напитков методом газовой хроматографии всегда был сложной задачей из-за высокого содержания в них воды (от 40 до 80%)¹.

Как правило, для анализа проб с таким высоким содержанием воды требуется продолжительная пробоподготовка или использование жидкостной хроматографии².

Для анализа алкогольных напитков методом газовой хроматографии обычно применяется полярная колонка на основе полиэтиленгликоля. Полярные колонки на основе полиэтиленгликоля склонны к деградации при анализе проб с высоким содержанием спирта или воды. Это приводит к тому, что пользователям приходится постоянно заниматься обслуживанием испарителя и колонки³.

В данных методических рекомендациях демонстрируется применение газового хроматографа модели 8890 с колонкой J&W DB-WAX UI для анализа алкогольных напитков. В работе система использовалась для многократного анализа неразбавленного бурбона. Это позволило продемонстрировать способность системы с высокой точностью воспроизводить времена удерживания и площади пиков при анализе трудных для анализа образцов со сложными матрицами.

Экспериментальная часть

Испытуемые образцы

Бурбон марки Woodford Reserve Distiller's Select был приобретен в местном магазине алкогольных напитков. Пробы бурбона помещались в виалы для автосамплера объемом 2 мл со вкладышем объемом 250 мкл и в неразбавленном виде вводились в хроматограф.

Оборудование

Анализ бурбона выполнялся на газовом хроматографе модели 8890 с ПИД. Испаритель использовался в режиме с делением потока. В качестве газа-носителя применялся гелий в режиме постоянного потока. Подробные параметры методики перечислены в табл. 1, список расходных материалов — в табл. 2.

Таблица 1. Параметры методики ГХ

Параметры методики	
Газовый хроматограф	ГХ серии 8890
Программное обеспечение	OpenLab CDS 2.2
Жидкостный автосамплер	Жидкостный автосамплер Agilent 7693A (вводимый объем 1 мкл)
Испаритель (с делением потока и без деления потока)	250 °C, с делением потока в отношении 50:1
Колонка	J&W DB-WAX UI (кат. № 122-7032UI)
Расход газа через колонку	Постоянный, 2,0 мл/мин
Термостат	40 °C (4 мин), 5 °C/мин до 100 °C, 10 °C/мин до 200 °C Продолжительность анализа: 26 мин
ПИД	250 °C Воздух 400 мл/мин Водород 30 мл/мин Азот 25 мл/мин

Таблица 2. Список расходных материалов Agilent

Расходные материалы	Каталожный номер
Навинчивающиеся колпачки с септой	5185-5820
Виалы 2 мл с резьбой	5182-0716
Вкладыши для виал, 250 мкл	5181-8872
Шприц ALS, голубой, 10 мкл, поршень ПТФЭ	G4513-80203
Инертная септа, Advanced Green	5183-4759
Уплотнительные кольца для лайнера, непригорающие	5188-5365
Лайнер Ultra Inert, с делением потока	5190-2295
Колонка J&W DB-WAX Ultra Inert, 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм	122-7032UI
Колонка J&W DB-WAX Ultra Inert, 20 м × 0,18 мм, 0,18 мкм	121-7022UI

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 показан пример ГХ-ПИД хроматограммы неразбавленного бурбона Woodford Reserve. Из-за высокого содержания алкоголя (45%) пик этанола (пик 3) значительно больше пиков второстепенных компонентов. Колонка J&W DB-WAX UI обеспечивает отличную форму пиков других сложных аналитов, которые включают в себя спирты, сложные эфиры и органические кислоты,

в малых количествах присутствующие в бурбоне. Эти второстепенные компоненты отвечают за сложный букет вкусов и запахов крепких алкогольных напитков¹.

Из-за разнородности определяемых в бурбоне веществ для многократного анализа необходим хроматограф с инертным трактом. Колонка J&W DB-WAX UI позволяет провести множество последовательных экспериментов по анализу бурбона без постоянного обслуживания колонки.

Стабильность системы изучалась путем повторных экспериментов по анализу бурбона. На рис. 2 приведены совмещенные ПИД-хроматограммы первого и четырехсотого анализа бурбона. Из них можно видеть, что времена удерживания и формы пиков не изменились на протяжении четырехсот экспериментов. Это демонстрирует надежность газового хроматографа модели 8890 с колонкой J&W DB-WAX UI. После четырехсот повторных экспериментов даже такие сложные для хроматографии соединения, как уксусная кислота (пик 7), сохранили достаточно симметричную форму пиков.

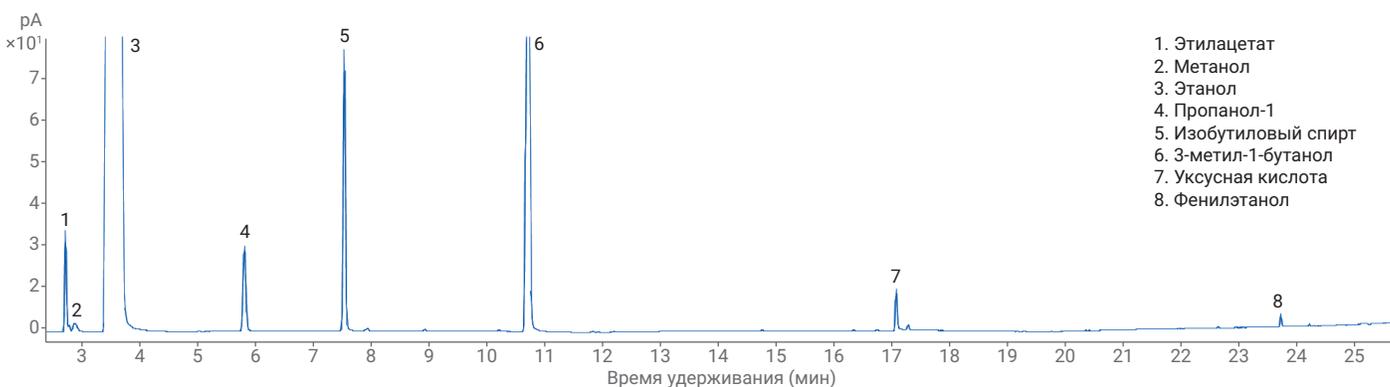


Рис. 1. Пример хроматограммы бурбона марки Woodford Reserve Distiller's Select

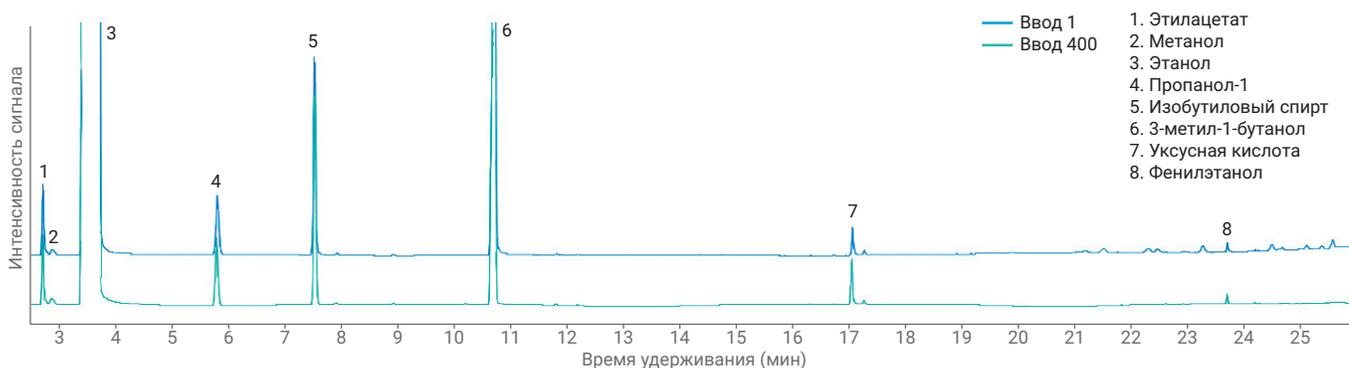


Рис. 2. Пример совмещенных хроматограмм первого и четырехсотого анализа бурбона марки Woodford Reserve Distiller's Select

Другая серия экспериментов была направлена на увеличение пробопотока путем сокращения времени анализа. Для этого были испробованы два различных подхода. Во-первых, была установлена колонка с меньшим внутренним диаметром и такой же неподвижной фазой. Во-вторых, был применен водород в качестве газа-носителя. В табл. 3 приведены параметры методики для колонки с меньшим внутренним диаметром с гелием и водородом в качестве газа-носителя. Для помощи в переносе методики с колонки 30 м × 0,25 мм, 0,25 мкм на колонку 20 м × 0,18 мм, 0,18 мкм применялся преобразователь методик.

На рис. 3 приведены результаты анализа бурбона Woodford Reserve на колонке с уменьшенным внутренним диаметром 0,18 мм с гелием в качестве газа-носителя. Время анализа с исходных 26 минут за счет колонки с меньшим внутренним диаметром сократилось до 19 минут. Уменьшенное время анализа не ухудшило формы пиков определяемых веществ. Примером этому является пик 7 органической кислоты на рис. 3.

Переход с гелия на водород в качестве газа-носителя позволил дополнительно уменьшить время анализа до 12,8 минут. На рис. 4 приведена хроматограмма бурбона на колонке 20 м × 0,18 мм, 0,18 мкм с водородом в качестве газа-носителя. Переход на водород в качестве газа-носителя и меньший внутренний диаметр колонки сократили исходное время анализа (рис. 1) вдвое (с 26 до 13 минут), не приведя к ухудшению формы пиков определяемых веществ.

Таблица 3. Параметры методики для колонки с внутренним диаметром 0,18 мм

	Газ-носитель гелий	Газ-носитель водород
Испаритель (с делением потока и без деления потока)	250 °С, деление потока в отношении 200:1	250 °С, деление потока в отношении 200:1
Колонка	J&W DB-WAX UI (кат. № 121-7022UI)	J&W DB-WAX UI (кат. № 121-7022UI)
Расход газа через колонку	Постоянный, 1,0 мл/мин	Постоянный, 1,2 мл/мин
Термостат	40 °С (4 минуты), 8,8 °С/мин до 100 °С, 17 °С/мин до 200 °С (2,3 минуты) Продолжительность анализа: 19,01 мин	40 °С (2,67 минуты), 13 °С/мин до 100 °С, 25 °С/мин до 200 °С (1,54 минуты) Продолжительность анализа: 12,83 мин
ПИД	250 °С Воздух 400 мл/мин Водород 30 мл/мин Азот 25 мл/мин	250 °С Воздух 400 мл/мин Водород 30 мл/мин Азот 25 мл/мин

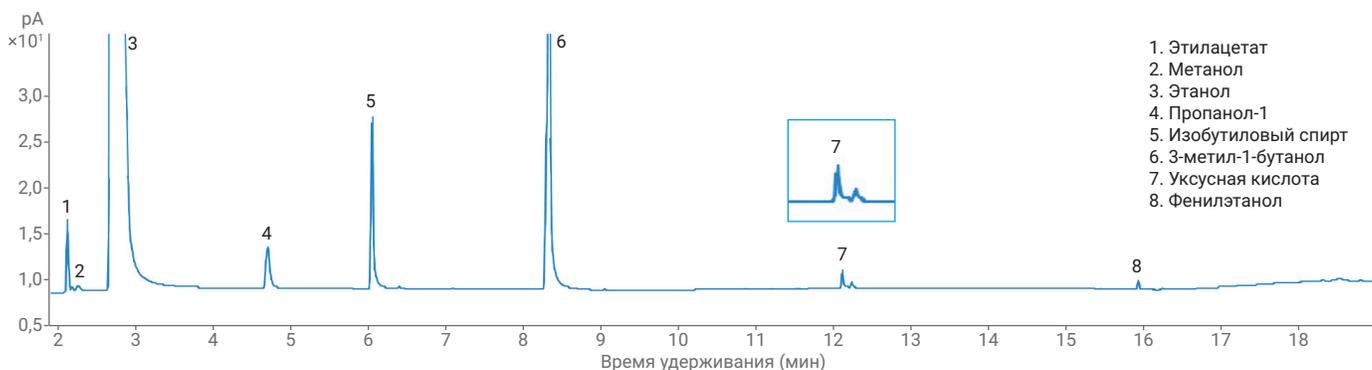


Рис. 3. Хроматограмма бурбона Woodford Reserve на колонке с внутренним диаметром 0,18 мм с гелием в качестве газа-носителя

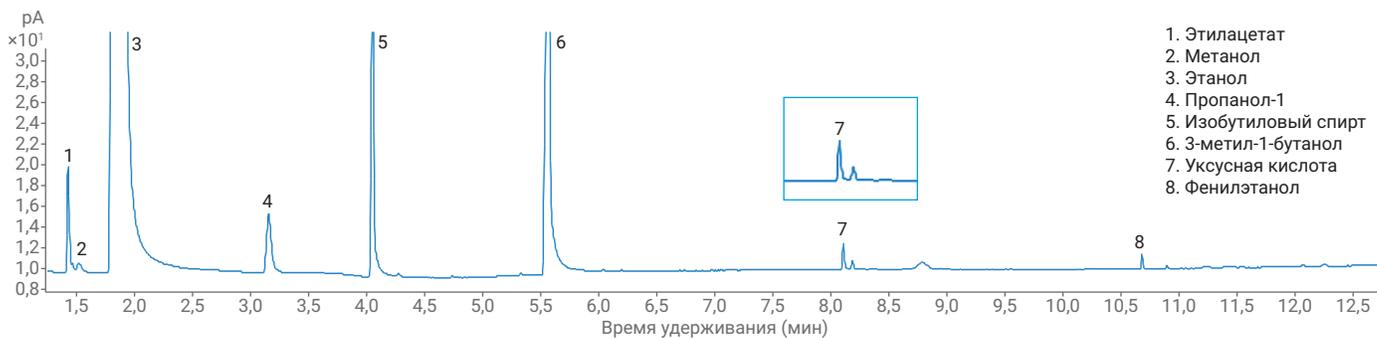


Рис. 4. Хроматограмма бурбона Woodford Reserve на колонке с внутренним диаметром 0,18 мм с водородом в качестве газа-носителя

Выводы

Анализ проб с высоким содержанием воды, таких как крепкий алкоголь, — это сложная задача для газовой хроматографии. Система газовой хроматографии модели 8890 с колонкой J&W DB-WAX UI и инертным хроматографическим трактом продемонстрировала свою способность воспроизводить результаты анализа на протяжении 400 последовательных экспериментов по анализу проб с высоким содержанием воды. Инструмент пересчета параметров методик может помочь с переносом методики на колонку с меньшим внутренним диаметром, что позволит сократить продолжительность анализа и увеличить пробопоток.

Литература

1. Analysis of Distilled Spirits Using an Agilent J&W DB-WAX Ultra Inert Capillary GC Column. *Методические рекомендации Agilent Technologies*, номер публикации 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

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2018.
Напечатано в США 7 декабря 2018 г.
5994-0487RU