

# Zrychlená provozně kontrolní metoda stanovení chmelových pryskyřic

683.423:543

Doc. Ing. JOSEF MOŠTEK, CSc., Ing. LUBOR MOJDL, Ing. JAROSLAV ČEPIČKA, CSc., Ing. VÁCLAV PETRAS, Katedra kvasné chemie a technologie, VŠCHT Praha

Pro stanovení jednotlivých frakcí pryskyřic chmele a chmelových extraktů byla vypracována řada analytických metod založených na principu gravimetrickém, polarometrickém, konduktometrickém, spektrofotometrickém, a jiná řada metod kombinovaných [1–5]. Jednotlivé metody se vzájemně liší nejen provedením, ale také přednostmi a nedostatky. Nároky na tyto metody jsou jiné ve výzkumných laboratořích a jiné v provozně kontrolních laboratořích pivovarů a výrobců chmelových extraktů, popřípadě jiných chmelových preparátů. Zatímco ve výzkumných laboratořích je nezbytně nutná vysoká přesnost použité metody s menším zřetelem na časovou náročnost a pořizovací cenu přístrojového vybavení, v kontrolních provozních laboratořích je naopak nejčastějším omezujícím faktorem čas a náročná přístrojová technika. Za těchto protichůdných zájmů jsme se snažili splnit požadavek provozních kontrolních laboratoří, který limitoval celkový čas pro kompletní analýzu chmele, suchých chmelových preparátů nebo chmelového extraktu a jeho meziproductů na dobu 60 min, a to za použití laboratorní techniky dostupné na trhu zemí RVHP. Výsledky analýzy měly být přitom co nejshodnější s výsledky podle metod analytiky EBC (Evropské pivovarské společnosti) a tzv. curyšské metody [6].

## EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Výše charakterizovaný nesnadný úkol jsme začali řešit ověřováním vhodnosti různých typů rozpouštědel, neboť jsme chtěli pro první stupeň extrakce chmelových pryskyřic eliminovat nejčastěji používaný a vzhledem k otevřenému ohni a vyšším teplotám pracovní nebezpečný dietyléter. Z 15 ověřovaných různých rozpouštědel byl nakonec zvolen metanol, který nejlépe uchovával původní proporcionalitu jednotlivých analytických frakcí chmelových pryskyřic. Toto naše rozhodnutí jsme dále opírali také o dřívější práce Walkera a Hastingsse [7], Rehberga a Cuznera [8] a Mikschika [9]. Tím bylo vyme-

zeno vhodné extrakční činidlo pro chmelové pryskyřice, které je sice rovněž hořlavé, avšak podstatně méně nebezpečné než dietyléter.

V další fázi řešení úkolu šlo o maximální zrychlení extrakce chmelových pryskyřic z analyzovaných vzorků. Metanol — jako základní extrakční činidlo — nám umožňoval použít zcela odlišné způsoby a techniky než u Wöllmerovy metody. Zvolili jsme vysokoobrátkový kuchyňský mixer (10 000 ot/min). Početnou řadou zkoušek jsme stanovili podmínky dokonalé extrakce uvedených typů vzorků s vysokým stupněm reprodukovatelnosti hodnot. Potřebná doba extrakce, resp. přípravy základního roztoku chmelových pryskyřic, je pouze 5 min proti 150 až 180 min u Wöllmerovy metody [3, 6, 10]. Tím se dosáhne první podstatné úspory času. V dalším jde o rychlé analytické zpracování tohoto základního metanolového eluátu chmelových pryskyřic.

## POTŘEBNÉ SKLO A ZAŘÍZENÍ

1. Analytické váhy
2. Vrtulový desintegrátor hlávkového chmelu (např. i typu podle Špidly)
3. Mixer s 8 — 10 000 ot/min; lze použít i běžný kuchyňský typ s dobře těsnící mixační nádobkou
4. UV-spektrofotometr s příslušenstvím; vhodný je například typ VSU-2, Carl Zeiss, Jena, NDR
5. Laboratorní rotační vakuová odparka (dodává Labora, n. p., Praha)
6. Sada filtračních nálevek
7. Skládané analytické papírové filtry Ø 8 — 12 cm
8. Sada hodinových skel Ø 8 — 12 cm
9. Sada pipet
10. Sada kádinek a kuželovitých baněk
11. Odměrné baňky po 50 ml
12. Odměrné válečky obsahu po 100 ml, opatřené skleněným zábrusovým uzávěrem
13. Zábrusové baňky obsahu po 50, 100 a 250 ml



## CHEMIKÁLIE

1. Metanol, p. a.
2. Dietyléter, p. a.
3. n-hexan, p. a., bod varu  $69 \pm 1^\circ\text{C}$
4. 2% vodný roztok  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , p. a.
5. Alkalický metanolový roztok připravený zředěním 2 ml 6 N NaOH, p. a. do 1 litru metanolu; připravuje se vždy čerstvý.

## VLASTNÍ POSTUP

## I. Chmel a suché chmelové preparáty

## A. Příprava základního roztoku chmelových pryskyřic

Do extrakční nádoby mixeru se převede navážka 15,00 g chmelu, předem na vrtulovém desintegrátoru rozmělněného (nebo rozmělněného suchého chmelového preparátu), a potom se do ní odpipetuje 150 ml metanolu ochlazeného na teplotu asi  $10^\circ\text{C}$ . Extrakční nádoba se dokonale utěsní víkem z PVC a její obsah se mixuje  $3 \times 1$  min při 8–10 000 ot/min s přestávkami asi 1 min.

Poté se obsah extrakční nádoby rychle přefiltruje přes skládaný papírový filtr „bílý pásy“ (středně porézní)  $\varnothing$  12 cm (pok opený hodinovým sklem) do podstavené úzkohrdlé kuželovité baňky. K přečistění tohoto filtrátu  $A_1$  celkových pryskyřic od stop vosků a zbytků polyfenolových látek se do zábrusové baňky obsahu 100 ml (popř. 250 ml) odpipetuje 50 ml jeho objemu, který se při teplotě lázně asi  $60^\circ\text{C}$  (a při mírném proudění dusíku nebo kyslíku uhlíkatého) zahustí rotační vakuovou odparkou do sirupovité konzistence (objemu asi 1–2 ml). Tento zbytek se pozorně rozpustí ve 30 až 40 ml dietyléteru. Vzniklá jemná suspenze (stopy vosků a zbytků polyfenolů) se přefiltruje skládaným papírovým filtrem ( $\varnothing$  8 cm) „bílý pásy“ do jiné zábrusové baňky obsahu 100 ml (popř. 250 ml), filtr se z pipety pečlivě promyje 10–15 ml dietyléteru. Celkový filtrát se pak výše uvedeným způsobem při teplotě asi  $40^\circ\text{C}$  vakuově odpaří. Získaný sirupovitý odparek se potom pozorně rozpustí ve 20–30 ml metanolu. Event. vzniklá jemná suspenze (stopy vosků a zbytků polyfenolů) se přefiltruje skládaným papírovým filtrem ( $\varnothing$  8 cm) „bílý pásy“ do podstavené odměrné baňky obsahu 50 ml, filtr se pečlivě promyje asi 15 ml metanolu a objem filtrátu se doplní v baňce metanolem ke značce a dokonale promísí. Tím jsme získali přečištěný základní metanolový roztok  $A_2$  chmelových pryskyřic.

## Poznámka 1

Jestliže při extrakci chmelových pryskyřic nepřesáhla teplota metanolu  $12^\circ\text{C}$ , pak k účelům orientační provozní kontroly dostačuje základní roztok  $A_1$ , neboť hodnoty analýz při použití roztoku  $A_2$  nejsou proti způsobu s roztokem  $A_1$  zpravidla menší než 0,5 % stanovené hodnoty.

## B. Stanovení veškerých pryskyřic

Ze základního metanolového roztoku pryskyřic  $A_2$  (popř.  $A_1$ ) se odpipetuje 10 ml do předem zvážené zábrusové baňky obsahu 50 ml, metanol se pozorně při teplotě  $60$ – $80^\circ\text{C}$  odpaří ve vakuové rotační odparce (viz ad A), baňka se povrchově osuší, po vychladnutí v exsikátoru zváží a vypočte se váha odparku  $G_1$  v g.

## C. Stanovení měkkých pryskyřic (n-hexanového podílu)

Do vytřepávacího odměrného válečku obsahu 100 ml se odpipetuje 15 ml základního metanolového roztoku  $A_2$  (popř.  $A_1$ ) chmelových pryskyřic, dále 15 ml 2% vodného roztoku  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a 50 ml n-hexanu. Obsahem válečku se 5 min intenzivně ručně třepe. Po rozdělení fází (probíhá zpravidla velmi rychle) se z horní n-hexanové vrstvy odpipetuje 40 ml do předem zvážené zábrusové baňky obsahu 100 ml a rozpouštědlo se vakuově

pozorně odpaří při teplotě kolem  $80^\circ\text{C}$  (viz ad A). Po vnějším osušení baňky, jejím vychladnutí v exsikátoru se zváží a vypočte se váha odparku  $G_2$  v g.

## D. Stanovení hořkých kyselin

Z n-hexanové fáze po předchozí operaci (ad C) se dále odpipetuje přesně dělenou pipetou obsahu 1 ml objem 0,5 ml do baňky obsahu 50 ml, v níž se zředí přidáním 40 ml alkalického roztoku metanolu a obsah se dokonale promísí. Potom se tento roztok spektrofotometricky proměří při vlnových délkách světla 258, 325 a  $355\text{ nm}$  proti obdobně připravenému referenčnímu roztoku (0,5 ml n-hexanu zředěného 40 ml alkalického metanolu).

Z n-hexanové fáze je také možno stanovit konduktometrickou hodnotu způsobem podle „švýcarské“ metody [6, 11], popř. podle Kremkova [10], nebo Likense a Nickersona [12], popř. DeCeustera a Struyvelta [13].

## E. Výpočet jednotlivých frakcí pryskyřic v původním vzorku chmelu nebo jeho suchého preparátu

## a) Veškeré pryskyřice (VP) v %:

$$VP (\%) = G_1 \cdot 102$$

Udání výsledku: v % na 0,1

Přesnost:  $\pm 0,7\%$  stanovené hodnoty

## b) Celkové měkké pryskyřice (MP) v %:

$$MP (\%) = G_2 \cdot 85$$

Udání výsledku: v % na 0,1

Přesnost:  $\pm 0,7\%$  stanovené hodnoty

c)  $\alpha$ -hořké kyseliny (při tloušťce kremenné kyvety 1 cm) v % [9, 14]:

$$\alpha\text{-hořké kyseliny (\%)} = 22,135 \cdot E_{325} - 15,470 \cdot E_{355} - 4,055 \cdot E_{258}$$

nebo:

$$\alpha\text{-hořké kyseliny (\%)} = 22,135 \cdot E_{325} - 15,470 \cdot E_{355} - 5,720 \cdot E_{275}$$

d)  $\beta$ -hořké kyseliny (při tloušťce kremenné kyvety 1 cm) v % [9, 14]:

$$\beta\text{-hořké kyseliny (\%)} = 16,670 \cdot E_{355} - 14,275 \cdot E_{325} + 1,085 \cdot E_{258}$$

nebo:

$$\beta\text{-hořké kyseliny (\%)} = 16,670 \cdot E_{355} - 14,275 \cdot E_{325} + 1,503 \cdot E_{275}$$

## II. Chmelový extrakt a jeho poloproducty

## A. Příprava základního roztoku chmelových pryskyřic

Na ústřížek filtračního papíru se naváží s přesností 0,001 g kolem 3 g chmelového extraktu (nebo kolem 1,5 g odparku miscely z průmyslové extrakce chmele), který se potom vloží do extrakční nádoby mixeru, do níž bylo předem odpipetováno 150 ml studeného metanolu (teploty asi  $10^\circ\text{C}$ ).

Mixační extrakce, filtrace eluátu a jeho další zpracovávání je obdobně jak výše ad A uvedeno pro chmel.

## Poznámka 2

Při analýze miscely se nám také dobře osvědčil tento druhý způsob získání základního metanolového roztoku  $A_1$  chmelových pryskyřic.

## Stanovení odparku miscely

Do předem vytárované zábrusové vakuové baňky obsahu 250 ml se odpipetuje 50–100 ml (podle stadia extrakce) přefiltrované miscely, která se odpaří ve vakuové rotační odparce v průběhu 3 min při mírném vakuu a teplotě vodní lázně asi  $40^\circ\text{C}$ , z předlohy se odstraní metylénchlorid, teplota vodní lázně se pak regulovatelným výkonným elektrickým výhřevným systémem zvýší asi na  $60^\circ\text{C}$  a za plného vakuu při použití běžné vodní vývěvy se odpaří zbytky metylénchloridu a vody. Potom se baňka povrchově osuší, ponechá asi 20 min vychladnout v exsikátoru, rychle zváží a vypočte se podíl odparku.



## Stanovení pryskyřic v odparku miscely

Paralelně se do druhé vytárované zábrusové vakuové baňky obsahu 250 ml odpipetuje stejný objem téhož přefiltrovaného vzorku miscely, rozpouštědlo se odpaří obdobně ve vakuu při teplotě asi 40 °C do sirupovité konzistence; do baňky se potom odpipetuje 150 ml metanolu a odparek se ručním protřepáváním pozorně rozpustí, slabá suspenze se přefiltruje (viz výše I A), a tím se získá základní metanolvý roztok chmelových pryskyřic miscely. Další postup je stejný jak uvedeno výše ad I A pro chmel.

## B. Výpočet obsahu chmelových pryskyřic v původním analyzovaném vzorku

## a) Veškeré pryskyřice (VP) v %:

$$VP (\%) = \frac{G_1 \cdot 1500}{\text{navážka extraktu (odparku miscely) v g}}$$

Přesnost:  $\pm 2\%$  stanovené hodnoty (zpravidla vyšší — viz tab. IV).

## b) Celkové měkké pryskyřice (MP) v %:

$$MP (\%) = \frac{G_2 \cdot 1250}{\text{navážka extraktu (odparku miscely) v g}}$$

Přesnost:  $\pm 4\%$  stanovené hodnoty (zpravidla vyšší — viz tab. IV).

c)  $\alpha$ -hořké kyseliny (při tloušťce křemenné kyvety 1 cm) v %:

$$\alpha\text{-hořké kyseliny} (\%) = \frac{15}{n} \cdot (22,135 \cdot E_{325} - 15,470 \cdot E_{355} - 4,055 \cdot E_{258})$$

nebo:

$$\alpha\text{-hořké kyseliny} (\%) = \frac{15}{n} \cdot (22,135 \cdot E_{325} - 15,470 \cdot E_{355} - 5,720 \cdot E_{275})$$

Přesnost:  $\pm 2\%$  stanovené hodnoty (zpravidla vyšší — viz tab. IV)

d)  $\beta$ -hořké kyseliny (při tloušťce křemenné kyvety 1 cm) v %:

$$\beta\text{-hořké kyseliny} (\%) = \frac{15}{n} \cdot (16,670 \cdot E_{355} - 14,275 \cdot E_{325} + 1,085 \cdot E_{258})$$

nebo:

$$\beta\text{-hořké kyseliny} (\%) = \frac{15}{n} \cdot (16,670 \cdot E_{355} - 14,275 \cdot E_{325} + 1,503 \cdot E_{275})$$

Přesnost:  $\pm 2\%$  stanovené hodnoty (zpravidla vyšší — viz tab. IV)

e)  $\beta$ -podíl hořkých látek v %:

$$\beta\text{-podíl} (\%) = MP - \alpha\text{-hořké kyseliny}$$

Přesnost:  $\pm 4\%$  stanovené hodnoty (zpravidla vyšší — viz tab. IV).

Jako při výpočtu  $\alpha$ -hořkých kyselin, tak i  $\beta$ -hořkých kyselin představuje symbol  $n$  navážku chmelového extraktu nebo odparku miscely v g.

Celková doba analýzy pro rutinizovaného analytika nepřesahuje 60 min.

## PŘÍKLAD VÝSLEDKŮ A JEJICH DISKUSE

Pro provozně kontrolní laboratoře navržená varianta zrychlené metody stanovení analytických frakcí chmelových pryskyřic ve chmelových extraktech a odparcích miscel z výroby chmelových extraktů byla ověřována čtyřmi pracovníky u 34 různých výrobních šarží chmelových extraktů připravovaných ze chmelů 8 různých světových proveniencí: ČSSR, NSR, USSR, USA. Získané výsledky jsou zřejmé z tab. I až tab. IV. Shoda se srovnávacími metodami EBC je v rozmezí 99 % až 101 %.

Takové tolerance jsou přípustné i u samotných jednotlivých metod EBC [3, 6, 11].

Tabulka I. Srovnání středního obsahu  $\bar{x}$  analytických frakcí pryskyřic 34 různých výrobních šarží chmelových extraktů připravených ze chmelů 8 různých proveniencí

Veškeré pryskyřice %		Měkké pryskyřice (n-hexanový podíl) %		Tvrdé pryskyřice %	
M*	W**	M	W	M	W
41,83	41,59	29,78	29,62	12,05	11,97
% ní shoda analýz metodou M proti metodě W					
100,58	100	100,54	100	100,67	100

\*) Naše zrychlená metoda.

\*\*) Wöllmerova metoda v „curyšské“ [6] úpravě.

Tabulka II. Srovnání středního obsahu  $\bar{x}$  hořkých kyselin 19 různých chmelových extraktů připravených z 6 chmelů různé světové provenience

$\alpha$ - hořké kyseliny %			$\beta$ - hořké kyseliny %	
A*	G**	M***	A	M
10,73	10,39	11,09	10,44	10,73
% ní shoda analýz metodou M a G proti metodě A v %				
100,00	96,83	103,36	100,00	102,78

\*) Metoda podle Aldertona et al. [3, 14].

\*\*) Metoda podle Goedkoope et al. [3, 16].

\*\*\*) Naše zrychlená metoda.

Tabulka III. Srovnání středního obsahu  $\bar{x}$  analytických frakcí chmelových pryskyřic odparků 54 různých miscel stanovených naší a srovnávací metodou podle Kremkova

Veškeré pryskyřice %		Měkké pryskyřice (n-hexanový podíl) %		Tvrdé pryskyřice %	
M*	K**	M	K	M	K
91,95	91,87	77,46	76,98	14,49	14,89
% ní shoda analýz metodou M proti metodě K					
100,09	100,00	100,62	100,00	97,31	100,00

\*) Naše metoda.

\*\*) Metoda Kremkova [10].

Obdobných výsledků bylo dosaženo i ve spolupracujících podnikových pivovarských laboratořích.

V tab. III jsou uvedeny průměry analytických hodnot 64 analýz 16 různých miscel ze 4 kvalitou a proveniencí vzájemně odlišných chmelů zpracovávaných na chmelový extrakt. Z tohoto souboru analýz bylo možno zjistit, že naše metoda poskytovala proti metodě DBAK [10] poněkud nižší hodnoty analytických frakcí tvrdých pryskyřic, což se však nezdá být obecnou vlastností — viz soubor analýz tab. IV. Rozdíl 3,5 % relativních, resp. 0,5 % absolutních u frakce tvrdých pryskyřic souboru analýz tab. III si vysvětlujeme tím, že u metody DBAK je podstatně výraznější oddělování „chmelových vosků“ (2 h při 0 °C), což se může u chmelů odlišné kvality,



Tabulka IV. Příklady analýz odpadků miscel metylén-chloridového eluátu pryskyřic chmele z průmyslové výroby chmelového extraktu naší a Kremkowova metodou a jejich statistické vyhodnocení

Sledované hodnoty		Veškeré pryskyřice %		Měkké pryskyřice %	
		M*	K**	M	K
Analýza vzorku:	1	92,12	91,85	77,42	76,82
	2	91,34	91,60	76,90	76,12
	3	91,35	91,94	77,52	77,16
	4	90,97	91,63	77,98	76,68
	5	92,02	91,06	77,21	77,31
	6	91,86	91,89	76,94	76,22
	7	91,94	92,04	77,38	77,08
Aritmet. průměr analýz	$\bar{x}$	91,65	91,72	77,33	76,77
Odhad směrodatné odchylky <sup>a</sup>	$s_1$	0,335	0,264	0,403	0,118
Odhad směrodatné odchylky průměru	$s_{\bar{x}}$	0,075	0,064	0,098	0,086
Variační koeficient	$v$ (%)	0,371	0,294	0,521	0,156
Pearsonův koeficient reprodukovatelnosti anal. hodnot	$r$	269	340	192	643
Variační rozpětí	$R$ %	1,15	0,80	1,08	1,19
Interval spolehlivosti:					
při pravděpodobnosti 95 %	%	0,76	0,64	0,72	0,78
při pravděpodobnosti 99 %	%	1,18	1,00	1,10	1,22
Relativní šíře intervalu spolehlivosti:					
při pravděpodobnosti 95 %	%	0,83	0,71	0,92	1,02
při pravděpodobnosti 99 %	%	1,28	1,09	1,42	1,58

\* Naše metoda.

a) Hodnoty  $s$ ,  $s_{\bar{x}}$  a  $v$  [%] jsou počítány ze souboru 17 až 20 paralelních analýz; jde však o jiné soubory analýz než zpracovávané pro hodnoty tab. I a tab. II.

\*\* Metoda Deutsche Brautechnische Analysenkommission (= DBAK) navržená Kremkowem [10].

resp. meziproduktů průmyslové výroby chmelových extraktů projevovat různou měrou. Jelikož naše metoda je však proti metodě DBAK časově 3krát kratší, jeví se tato shoda analýz až nečekaně vysoká. To dosvědčují i matematicko-statistické charakteristiky tab. IV, zpracované metodami podle citací [17, 18]. Jsme tedy přesvědčeni, že naši metodu lze bez praktického rizika používat pro provozní kontrolu jak v závodech na výrobu chmelových extraktů, tak i v pivovarech, neboť jde o rychlou a bezpečnou, dostatečně přesnou a snadno dostupnou metodu. Veškeré potřebné zařízení je buď tuzemské výroby, nebo je lze bez problémů získat dovozem ze zemí RVHP.

Stanovení veškerých a měkkých pryskyřic touto metodou ve chmelových extraktech je součástí oborové normy [19].

#### Literatura

- [1] DECLERCK, J.: A Textbook of Brewing, Vol. II, London, Chapman and Hall, Ltd. 1954
- [2] PAWLOWSKI - CHILDE: Die brautechnischen Untersuchungsmethoden, 8. Auflage, Nürnberg, Verlag H. Carl 1931
- [3] Analytica EBC, 2. Auflage Nürnberg, Verlag H. Carl 1933
- [4] MOŠTEK, J. et al.: Výzkum zpráva ev. č. IV-2/242/919-I, VŠCHT Praha 1939
- [5] Bericht des EBC - Analysenkomitees, Brauwiss. 23, 1970 s. 101
- [6] PFENNINGER, H. - SCHUR, F.: Schweiz. Brau. Rdsch. 79, 1938, s. 241
- [7] WALKER, T. K. - HASTINGS, J.: J. Inst. Brew. 39, 1933, s. 509
- [8] REHBERGER, A. J. - CUZNER, J.: Proc. ASBC 1967, s. 185; ref. In: Monatsschr. f. Brau. 22, 1939, s. 303
- [9] MIKŠCHIK, E.: Brauereitechnik 19, 1967, s. 145
- [10] KREMKOW, C.: Brauwiss. 24, 1971, s. 10
- [11] Oborová norma 58 6804: Chmelový extrakt, MZVZ ČSR Praha 1972
- [12] LKENS, S. T. - NICKERSON, G. B.: Proc. ASBC 1937, s. 119; ref. In: Monatsschr. f. Brau. 22, 1939, s. 302
- [13] DECEUSTER, P. - STRUYVELT, J.: Brauwiss. 22, 1939, s. 362
- [14] ALBERTON, G. - BAILEY, G. F. - LEWIS, J. C., STITT, F.: Anal. Chem. 26, 1954, s. 983
- [15] MOŠTEK, J. - ČEPIČKA, J. - MOJDL, D.: XIV. Pivovarsko-sladařský seminář Plzeň, 1971, ref. In: Kvasný průmysl 18, 1972, s. 35
- [16] GOEDKOOP, W. - HARTONG, B. D.: J. Inst. Brew. 63, 1957, s. 385
- [17] ECKSCHLAGER, K.: Chyby chemických rozborů, Praha SNTL 1961
- [18] KRAUSS, G. - FÜLDNER, H. U.: Monatsschr. f. Brau. 22, 1939, s. 217

[19] Oborová norma MZVZ ČSR a OR tukového průmyslu Praha: ON 53 6804: Chmelový extrakt, Účinnost od 1. 7. 1972

Lektoroval ing. M. Vančura, VÚPS Praha

Moštek, J. — Mojdl, L. — Čepička, J. — Petras, V.: Zrychlená provozně kontrolní metoda stanovení chmelových pryskyřic. Kvas. prům. 19, 1973, č. 11, s. 241.

Byla navržena zrychlená metoda analýzy 5 základních frakcí chmelových pryskyřic ve chmelu a suchých chmelových preparátech, ve chmelovém extraktu a v odpadcích miscely z výroby chmelového extraktu.

Princip metody záleží v přímé mixační extrakci vzorků studeným metanolem, v gravimetrickém stanovení veškerých a měkkých pryskyřic a ve spektrofotometrickém stanovení hořkých kyselin.

Hlavní přednosti metody jsou snadnost, rychlost, zvýšená bezpečnost, přesnost provedení a snadná dostupnost potřebné laboratorní techniky. Potřebná doba kompletní analýzy vzorku nepřesahuje 60 min. Analýzy se pohybují v mezích přesnosti tolerované u metod EBC.

Metoda je vhodná především pro provozní laboratoře k operativní kontrole jak v závodech na výrobu suchých chmelových preparátů a chmelových extraktů, tak i v pivovarech.

Моштейк, И. — Мойдл, Л. — Чепичка, Я. — Петрас, В.: Скоростной метод контрольного определения содержания смол в хмеле. Квас. прум. 19, 1973, № 11, стр. 241—245.

Авторы разработали новый, скоростной метод анализа для определения содержания пяти главных фракций смол встречающихся в хмеле, сухих хмелевых препаратах, хмелевом экстракте и в сухом остатке после выпаривания miscеллы в процессе производства хмелевого экстракта.

Принцип метода заключается в экстракции проб с помощью метилового спирта, гравиметрического определения содержания всех смол и отдельно мягких смол и в спектрофотометрическом определении горьких кислот хмеля.

Описанный метод отличается простотой и безопасностью, экономит время, дает достоверные результаты и не требует никаких особых лабораторных приборов.

Один анализ занимает не больше 60 минут, причем ошибки не выходят за пределы допускаемые методами ЭБЦ. Метод можно рекомендовать в первую очередь лабораториям заводов, занимающихся производством сухих хмелевых препаратов и хмелевых экстрактов, а также лабораториям пивоваренных заводов.

Moštek, J. — Mojdl, L. — Čepička, J. — Petras, V.: Time Saving Method for the Determination of Hop Resins. Kvas. prům. 19, 1973, No. 11, p. 241—245.

The authors have developed a new time saving method for the determination of five principal fractions of hop resins in hops, dry hop preparations, hop extract and residue left after evaporation of miscella in the hop extract manufacturing process. The principle of the method is based on mixing extraction by means of cold methanol, gravimetric determination of total amount of resins and separately of soft resins and finally spectrophotometric determination of bitter hop resins.

The method has many advantages: it is convenient and simple, requires little time, is safe, gives reliable results and requires easily available laboratory equipment.

One analysis takes no more than 60 minutes. Errors do not exceed tolerances accepted by existing standards. The method can be recommended for routine analyses in laboratories, at plants making hop extracts or other hop preparations, as well as breweries.



**Moštek, J. — Mojdl, L. — Čepička, J. — Petras, V.:**  
**Beschleunigte Betriebskontrollmethode zur Bestimmung**  
**der Hopfenharze.** Kvas. prům. 19, 1973, No. 11, S. 241—  
—245.

Es wurde eine Beschleunigte Methode zur Analyse der  
5 Grundfraktionen der Hopfenharze im Hopfen und in den  
trockenen Hopfenpräparaten, im Hopfenextrakt und in  
den Abdampfrückständen der Miscelle aus der Hopfen-  
extraktfabrikation ausgearbeitet.

Das Prinzip der Methode besteht auf der direkten  
Mix-Extraktion der Probe durch kaltes Methanol,  
auf der gravimetrischen Bestimmung der Gesamt- und

Weichharze und der spektrophotometrischen Bestim-  
mung der Bittersäuren.

Die Hauptvorteile der Methode sind: Einfachheit,  
Schnelligkeit, erhöhte Sicherheit und Präzision der  
Durchführung und leichte Zugänglichkeit der benötigten  
Labortechnik. Die für die komplette Analyse der Proben  
benötigte Zeit ist maximal 60 Min. Die Analysenergebnisse  
bewegen sich innerhalb der für die EBC-Methoden  
zugelassenen Fehlergrenzen.

Die Methode ist vor allem für die Betriebslaboratorien  
zur operativen Kontrolle geeignet, und zwar wie in den  
Betrieben, wo trockene Hopfenpräparate oder Hopfen-  
extrakt erzeugt wird, so auch in Brauereien.