

Štúdium obsahu metanolu a príbudliny v produktoch kvasnej výroby plynovou chromatografiou

663.1:543.544
547.261 663.551.7

Ing. DAGMAR ARBETOVÁ - Ing. JÁN HRIVNÁK, CSc., KHES, Banská Bystrica a Chemický ústav UK, Bratislava

Do redakcie došlo 7. ledna 1976

Produkty kvasnej výroby je možné charakterizovať podľa obsahu etanolu — ako hlavnej zložky, a obsahu prímiesí ako vedľajších zložiek, ktoré vznikajú už počas fermentácie, alebo počas ďalšieho opracovania liehu (destilácia, dozrievanie a pod.). Kvalitatívna a kvantitatívna analýza týchto zložiek je dôležitá nielen z hľadiska výrobcu, ale aj inštitúcií, ktoré posudzujú kvalitu potravín, reprezentujúcich záujmy odberateľa, ako i toxikológov.

V predloženej práci sme na riešenie tejto problematiky použili metódu plynovej chromatografie.

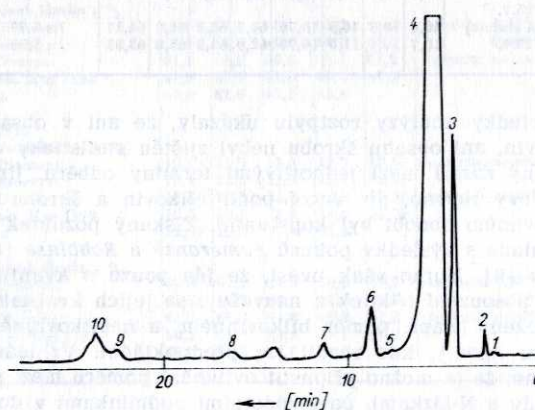
Metodika

Na analytické stanovenie metanolu sme použili plynovú chromatografiu [1]. Pracovali sme na prístroji Fractovap G I (Carlo Erba, Milano) opatrenom plameňovým ionizačným detektorom. Vzorky sme analyzovali na sklenej kolóne (dĺžky 2 m a vnútorného priemeru 2 mm) plnenej 10 % polyetylén glykolu 400 na Chromosorbe W o zrnitosti 0,20 — 0,25 mm. Teplota kolóny bola 60 °C a teplota dávkovacieho priestoru 110 °C. Ako nosný plyn sme použili dusík o tlaku 7,85 Pa (0,8 kp/cm²) na začiatku kolóny. Dávkovali sme 0,5 — 1 µl mikrosjekčnou striekačkou Hamilton.

Vzorky obsahujúce značný nesplynovateľný podiel (napr. likéry a pod.) sme analyzovali metódou „head space“. Vzorku sme v uzavretom systéme (v 100 ml banke opatrenej silikónovou zátkou) nechali stáť 20 min a analyzovali sme 1 ml plynnej fázy plynotesnou injekčnou striekačkou. Metóda „head space“ má výhodu v tom, že nenastáva kontaminácia dávkovacieho priestoru zložkami vzorky, ktoré sa počas dávkovania neodparia (napr. sladidlo a pod.) a môžu zapríčiniť skreslenie výsledkov, najmä pri sériových analýzach.

Výsledky a diskusia

Na obr. 1 je chromatogram vzorky slivovice. Z chromatogramu je vidieť, že elučné vlny metanolu a vyšších alkoholov sú dobre odčítateľné. Obsah metanolu je dôležitý z hľadiska toxikologického a príbudliny aj z hľadiska chute a arómy nápoja. Podľa ČSN 56 7005 je obsah metanolu prípustný u pravých destilátov do výšky 1,5 ml v 100 ml absolútneho alkoholu. Pri kontrole alkoholických



Obr. 1. Chromatogram vzorky slivovice

Elučné vlny: 1: aceton; 2: etylacetát; 3: metanol; 4: etanol; 5: butanol-2; 6: propanol-1; 7: 2-metylpropanol-1; 8: butanol-1; 9: 2-metylbutanol-1; 10: 3-metylbutanol-1.

kých nápojov (slivovica, hruškovica, borovička) v štyroch okresoch Stredoslovenského kraja sa napr. zistilo, že obsah metanolu asi u polovice vzoriek bol o niečo vyšší, ako pripúšťa norma. I keď išlo len o malé odchýlky, je potrebné venovať dodržiavaniu technologických postupov viac pozornosti. Podľa našich skúseností sa javí plynová chromatografia v tomto smere veľmi užitočná.

Literatúra

[1] DYER, R. H.: J. Ass. off. anal. Chemists 54, 1971 s. 785.

Arbetová, D. - Hrivnák, J.: Štúdium obsahu metanolu a príbudliny v produktoch kvasnej výroby plynovou chromatografiou. Kvas. prům. 22, 1976, č. 6, s. 128—129.

Na plynovochromatografické stanovenie sa použila kolóna dĺžky 2 m a vnútorného priemeru 2 mm s náplňou 10 % polyetylén glykolu 400 na Chromosorbe W o zrnitosti 0,20 — 0,25 mm. Analyzovalo sa pri teplote kolóny 60 °C a tlaku nosného plynu dusíka 7,85 Pa

(0,8 kp/cm²) na začiatku kolóny. Použil sa plameňový ionizačný detektor. Výsledky ukázali, že v niektorých prípadoch bol obsah metanolu o niečo vyšší ako pripúšťa ČSN 56 7005. Vypracovaná metóda je vhodná na kontrolu akosti liehovín.

Арбетова, Д. — Гривняк, Я.: Применение хроматографии в газовой среде для определения содержания метанола и сивушного масла в продуктах бродильных процессов. Квас. прум., 22, 1976, № 5, стр. 128—129.

Содержание метанола и сивушного масла определялось методом хроматографии в газовой среде с помощью колонны длиной 2 м. Внутренний диаметр колонны был 2 мм, в качестве наполнителя был использован 10 %-ный полиэтиленгликоль 400, насыщавший активное вещество ХРОМОСОРЬ В, зернистость которого была в пределах 0,20—0,25 мм. Анализ производился при температуре 60 °C и при давлении несущего газа (азота) 7,85 Па, что равняется 0,8 кгс/см². Указанное давление относится к входу в колонну. Применялся пламенный ионизационный детектор. Результаты изучения показали, что в некоторых продуктах содержание метанола превышало предел допускаемый стандартом ЧСН 56 7005. Описанный метод анализа можно рекомендовать для контроля качества спиртных напитков.

Arbetová, D. - Hrivňák, J.: Application of Gas Chromatography for the Determination of Methanol and Fusel Oil Contents in the Products of Fermentation Processes. Kvas. prŭm. 22, 1976, No. 5, pp. 128—129.

Gas chromatography has been successfully applied to determine the contents of methanol and fusel oil in

the products of fermentation industry. A 2 m long column with 2 mm inner diameter was filled with 10 % polyethylenglycol 400 on Chromosorbe W with grain size ranging from 0,20 mm to 0,25 mm. Analyses were carried out at 60 °C and pressure of carrier gas (nitrogen) 7,85 Pa (= 0,8 kp/cm²). The figure indicates the pressure at the intake end of the column. A flame ionization detector was used to identify individual components. The results show, that in a number of products the percentage of methanol was slightly above the limits allowed by the ČSN 7005 Standard. The described method can be applied to advantage to check the quality of spirits.

Arbetová, D. - Hrivňák, J.: Studium des Methanol- und Fuselölgehalts in den Gärungsprodukten mittels Gaschromatographie. Kvas. prŭm. 22, 1976, No. 5, S. 128—129.

Zur gaschromatographischen Bestimmung wurde eine Kolonne mit folgenden Parametern benützt: Länge 2 m, Innendurchmesser 2 mm, Füllung 10 % Polyäthylenglycol 400 auf Chromosorbe W von einer Körnigkeit 0,20 — 0,25 mm. Die Analysen wurden bei der Kolonnen-temperatur von 60 °C und Traggas- (Stickstoff)-Druck 7,85 Pa (0,8 kp/cm²) an dem Kolonnenanfang durchgeführt. Es wurde der Flammenionisierdetektor angewendet. Die Ergebnisse zeigten, daß in einigen Fällen der Methanolgehalt einigermaßen höher liegt, als der ČSSR-Standard 56 7005 zuläßt. Die ausgearbeitete Methode eignet sich für die Qualitätskontrolle der Spirituosen.