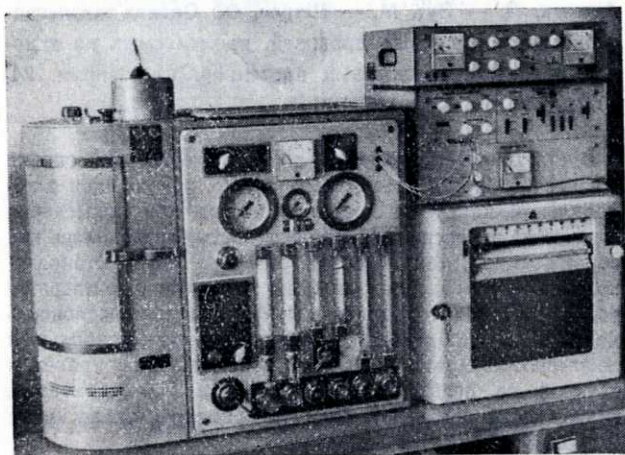


## Některé poznatky a zkušenosti s využitím plynové chromatografie v oboru lihovarského průmyslu

Ing. ARNA VÁVROVÁ, Výzkumný ústav pro balení potravin, Generální ředitelství KOLI Praha

Plynová chromatografie, jako jedna z moderních analytických metod, se stává v současné době nedílnou součástí hodnocení kvality výrobků mnoha průmyslových odvětví.

Pro náš výzkumný ústav byl zajištěn plynový chromatograf n. p. Laboratorní přístroje CHROM III k zjišťování charakteru lihů a lihových frakcí, a kromě toho též pro určování jednotlivých aromatických složek viných a ovocných destilátů.



Obr. 1. Plynový chromatograf CHROM III

Plynový chromatograf CHROM III je stavebnicový přístroj (obr. 1) skládající z těchto částí:

1. *hlavní skříň chromatografu* — s termostatem, rozvodem plynů a vestavěnými detektory (plamenionizační, tepelně vodivostní a argonový),
2. *ovládací skříň* (elektronické zařízení) — obsahuje zdroje a prvky pro ovládání citlivosti detektorů, kompenzaci klidového proudu, regulaci teploty v termostatu, detektoru a odpařovací komůrce a programování teploty termostatu,
3. *skříň zesilovačů* — obsahuje zdroje a prvky zesilovače pro přímý záznam a pro automatické nulování zesilovače, veškeré regulační prvky a řízení zapisovače,
4. *zapisovač EZ 3* — elektronkový kompenzační zapisovač, dodávaný jako součást přístroje.

### Experimentální část

Na dodaném přístroji nebylo možno po technické stránce provádět požadované analýzy, jelikož kolony dodávané jako součást přístroje naprosto nevyhovují požadavkům, kladeným na rozboru lihů a lihovin.

Na základě poznatků, získaných studiem dostupné literatury [1, 2, 3], byla připravena náplňová kolona, vhodná pro tento typ rozborů. Použili jsme nerezavějící trubky o vnějším průměru 5 mm, světlosti 3 mm a délce 5,20 m. K přípravě náplně této kolony bylo nejdříve použito Chromosorbu W 60/80 mesh jako tuhého nosiče a jako zakotvené fáze byl použit Carbowax 1500. Při testování kolony bylo vyzkoušeno ještě několik dalších

vzájemných kombinací těchto i jiných fází a nosičů, jak bude dále uvedeno.

### Rozboru lihů a vodky

Hlavním cílem rozborů lihů a vodky je stanovení složek (tj. nečistot a příměsí), které jsou přítomny vzhledem k hlavní složce (etanolu) ve stopových koncentracích. Proto je třeba při rozboru splnit řadu dodatečných podmínek, které se při jiných analýzách neuplatňují. Jsou to zvláště požadavky na citlivost detektoru, dokonalost rozdělení, nutnost dosažení dostatečné vzdálenosti vlny nečistoty od vlny etanolu atd.

Při studiu metodiky byly použity a vyzkoušeny: tuhé nosiče:

Chromosorb W 40/60 mesh  
Chromosorb W 60/80 mesh

zakotvené fáze:

Carbowax (PEG) 400 — smáčení 5 %, 10 %, 15 %  
Carbowax 1500 — smáčení 5 %, 10 %, 15 %  
Carbowax 20 M — smáčení 5 %, 10 %, 15 %

plyny:

dusík (žárovkový)  
vodík (elektrolytický)  
vzduch

Podmínky stanovení byly zvoleny na základě údajů, uvedených pro tyto analýzy v literatuře, optimalizace podmínek byla provedena zkušebními analýzami při různých hodnotách jednotlivých charakteristik, nastavených na přístroji.

Byly optimalizovány tyto základní podmínky:

- maximální dávka vzorku
- průtok nosného plynu
- průtok vodíku pro PID
- teplota kolony

Pro jednotlivé kombinace tuhého nosiče a zakotvené fáze byly vyzkoušeny další podmínky v tomto rozmezí: dusík (nosný plyn):

přetlak: 0,15 MPa; 0,20 MPa, 0,25 MPa (1,5; 2,0; 2,5 kp/cm<sup>2</sup>)  
průtok: 15, 20, 25, 30, 35 ml/min

vodík:

průtok: 30, 35, 40 ml/min

vzduch:

průtok: 220—250 ml/min

teplota kolony:

60, 70, 80 °C

teplota odpařovače:

120, 140, 160 °C

Chromatogramy, získané rozbořem lihů (melasový vaječný a jemný) a jednoho druhu vodky (Pražská vodka, výrobce n. p. Středočeská Fruta, Mochov) za různých pracovních podmínek a vhodně volených kombinací zakotvené fáze a tuhého nosiče, byly vyhodnoceny kvalitativně i kvantitativně a na základě získaných výsledků byly stanoveny tyto optimální podmínky pro rozboru lihů na zkoušeném přístroji CHROM III:



dusík — přetlak 0,20 MPa (2,0 kp/cm<sup>2</sup>)  
průtok 25 ml/min  
vodík — průtok 35 ml/min  
vzduch — průtok 220 ml/min  
teplota kolony 70 °C  
teplota odpařovače 120 °C  
délka kolony 5,20 m  
vnitřní průměr kolony 3 mm  
citlivost přístroje 1 : 2  
maximální dávka vzorku 0,8 µl  
zakotvená fáze: PEG (Carbowax) 1500; smáčení 10 %  
tuhý nosič: Chromosorb W 60/80 mesh  
citlivost zapisovače: rozsah stupnice odpovídá 1 mV  
přes celou stupnici  
posun papíru 5 mm/min

#### Rozbory destilátů

Při analýze vinných a ovocných destilátů přicházejí v úvahu tytéž specifické zvláštnosti jako u lihů, a navíc se zde vyskytují některé složky, typické např. pro druh vína nebo ovocného kvasu použitého k destilaci, pro způsob a podmínky uložení destilátu apod. Proto je nutno věnovat zvýšenou pozornost všem podmínkám, které mají vliv na získání přehledného a snadno vyhodnotitelného chromatogramu.

Zkoušené materiály, chemikálie a pracovní postupy byly shodné s materiály a postupy uvedenými při rozboření lihů.

Podle výsledků, získaných vyhodnocením chromatogramů, byly určeny optimální podmínky pro analýzy vinných a ovocných destilátů na přístroji Chrom III takto:

dusík — přetlak 0,25 MPa (2,5 kp/cm<sup>2</sup>)  
průtok 35 ml/min  
vodík — průtok 40 ml/min  
vzduch — průtok 250 ml/min  
teplota kolony 70 °C  
teplota odpařovače 120 °C  
délka kolony 5,20 m  
vnitřní průměr kolony 3 mm  
citlivost přístroje 1 : 5  
maximální dávka vzorku 0,8 µl  
zakotvená fáze: PEG (Carbowax) 1500; smáčení 5 %  
tuhý nosič: Chromosorb W 60/80 mesh  
citlivost zapisovače: rozsah stupnice odpovídá 1 mV  
přes celou stupnici  
posun papíru 5 mm/min

#### Závěr

Závěrem lze konstatovat, že na ověřovaném přístroji Chrom III je možno nyní provádět běžné analýzy lihů a destilátů, avšak je nutné neustále sledovat a kontrolovat stav měřidel a hodnoty sledovaných veličin (tlaky a teploty). Zvláště je nutno přibližně po dvouměsí-

ním provozu kontrolovat dělicí schopnost kolony nástříkem standardní směsi. Při zjištění snížené dělicí schopnosti kolony, zejména v oblasti kolem etanolu, je nutno vyměnit náplň, kolonu znovu stabilizovat, provést kontrolní rozbor standardní směsi a teprve potom přistoupit k analýzám lihů a destilátů.

#### Literatura

- [1] ŠACH, K.: Závěrečná práce PI ORKL, 1371.
- [2] TOŠNER, A., LACINÝ, J.: Zpráva o rozboření lihů a vodek. SJ 1988
- [3] Kolektiv: Zpráva o plynové chromatografii fy Carlo Erba, Itálie
- [4] PURNELL, H.: Plynová chromatografie
- [5] KEISER, J.: Gas Chromatography

**Vávrová, A.: Některé poznatky a zkušenosti s využitím plynové chromatografie v oboru lihovarského průmyslu.** Kvas. prům. 24, 1978, č. 7, s. 156—157.

Plynový chromatograf Chrom III, n. p. Laboratorní přístroje, byl přizpůsoben pro charakterizaci lihů, lihových frakcí a určování aromatických složek vinných a ovocných destilátů úpravou náplňové kolony, citlivosti detektoru a dokonalosti rozdělování. Experimentálně zjištěné parametry jsou uvedeny.

**Ваврова, А.: Опыт по применению хроматографии в газовой среде на заводах спиртовой промышленности.** Квас. прум. 24, 1978, № 7, стр. 156—157.

Хроматограф модели ХРОМ III производства национального предприятия Лаборатории прижизное был приспособлен к требованиям спиртовой промышленности. С помощью модифицированного прибора определяются спирты, спиртовые фракции и ароматические составляющие винных и фруктовых дистиллятов. По сравнению со стандартным исполнением изменилась колонна, была повышена чувствительность детектора и улучшена точность разделения.

**Vávrová, A.: Experience on the Application of Gas Chromatography in Distilling Industry.** Kvas. prům. 24, 1978, No. 7, pp. 156—157.

A CHROM III gas chromatograph, supplied by Laboratorní přístroje N. C., has been modified for analyses of alcohols, alcohol fractions and aromatic components of wine and fruit distillates. It was necessary to change the form of the column, improve the sensitivity of detector and partitioning accuracy. The author specifies the parameters of the modified instrument.

**Vávrová, A. - Erkenntnisse und Erfahrungen mit der Anwendung der Gaschromatographie in der Spiritusindustrie.** Kvas. prům. 24, 1978, No. 7, S. 156—157.

Der Gaschromatograph Chrom III (Hersteller Nationalunternehmen Laboratoriumsapparate) wurde für die Charakterisierung von Spiritusproben, Spiritusfraktionen und die Bestimmung der aromatischen Bestandteile der Wein- und Obstdestillate adaptiert, und zwar durch Modifikation der Füllungskolonne, der Empfindlichkeit des Detektors und der Aufteilungsvollkommenheit. Es werden experimentell festgestellte Parameter angeführt.

#### Určování kyslíčnicku uhličitého v pive

Analytická komise EBC přezkoušela dvě nejpoužívanější metody na stanovení CO<sub>2</sub>, a to manometrickou, kterou doporučil Institute of Brewing a titrační metodu podle Postela a Drawerta. Manometrická metoda je citlivá na odchylky v provedení nebo manometrickém zařízení jednotlivých laboratoří. Titrační metoda není na-

proti tomu tak citlivá na odchylky mezi různými laboratořemi, avšak náchylnější k různým chybám v téže laboratoři i v různých laboratořích.

ENARI, T. M. - PAJUNEN, E.: Bestimmung von Kohlendioxid im Bier. Vorgelegt im Auftrag des EBC-Analysenkomitees. Brauwissenschaft, 31, 1978, č. 4, s. 101—102.

Lhotský