

## Kozmaolajok összetételének gázkromatográfiás meghatározása\*

ÖTVÖS IRMA\*\* – SZÉP IVÁNNÉ – BIKFALVI ISTVÁNNÉ –  
PÁSZTOR LÁSZLÓNÉ – PÁLYI GYULA\*\*

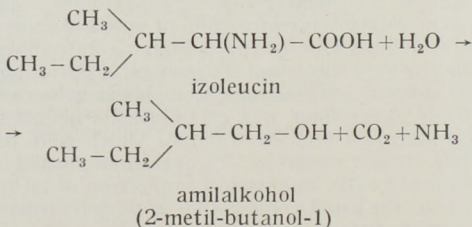
Szeszipari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1975. december 3.

### Bevezetés

A kozmaolaj a melaszból erjesztéssel készült szesz finomításának magas forráspontú mellékterméke.

Az alkoholos erjedés során az etilalkohol képződése mellett kb. 3% glicerin, 0,6% borostyánkősav, továbbá kis mennyiségű ecetsav, acetaldehid, kozmaolajok stb. is keletkeznek, összesen mintegy 5%-ban. A kozmaolajok főként kettőnél nagyobb szénatomszámú alkoholokat tartalmaznak. Ezek a cukortartalmú erjesztési alapanyagok (melasz) fehérjetartalmának aminosavaiból keletkeznek az erjedés során, formálisan hidrolitikus reakcióban:



Hasonlóan a valinból izobutilalkohol (2-metil-propanol-1), a fenilalaninból fenil-etilalkohol, a triptofánból indolil-etilalkohol stb. képződik (17).

A kozmaolajok összetétele meglehetősen tág határok között változik az erjesztés körülményeitől függően, általában a következő komponensek fordulnak elő: propanol-1, 2-metil-propanol-1, 2-metil-butanol-1 és 3-metil-butanol-1. E komponensek közül tisztításkor a propanol-1 és a 2-metil-propanol-1 desztillációval aránylag jól elválasztható, mindazonáltal még a tisztított kozmaolaj mintákban is megtalálhatók.

A kozmaolajok értékes komponense a két i-amilalkohol, melyeket elsősorban az oldószeriparban használnak fel.

A kozmaolaj minőségét, összetételének vizsgálati módját az MSZ 1649–51 számú, Kozmaolaj megnevezésű szabvány határozza meg. E szabvány szerint az „erjedésszerű amilalkohol” mennyiségének legalább 45 tf%-nak kell lennie.

\* Az 1975. szeptember 26-án tartott KÉKI kollokviumon elhangzott előadás.

\*\* MTA Petrolkémiai Kutató Csoport, Veszprém.

Meghatározásának módja a következő: „A vizsgálandó mintát kb. 1/5 súlyrésznyi kiüszített káliumkarbonáttal összerázva víztelenítjük és szűrjük.

A szűrletből MSZ 1635 szerint lepárló vizsgálatot végzünk. A 120 °C-ig és a 135 °C-ig felfogott párlat térfogatát leolvassuk. Erjedési amilalkohol tartalomként a 120–135 °C között felfogott párlat térfogatát leolvassuk. Erjedési amilalkohol tartalomként a 120–135 °C között felfogott párlatot tf%-ban adjuk meg.”

A szabványban megadott módszer nehézkes, pontatlan, ezért felmerült az igény olyan gázkromatográfiás módszer kidolgozására, mellyel

1. a két erjedési amilalkohol pontosan azonos retenciós idővel egy, jól értékelhető csúcsban eluálódik,
2. a 2-metil-butanol-1-et és a 3-metil-butanol-1-et együttesen tartalmazó csúcs jól elválik a propanol-1 és a 2-metil-propanol-1 csúcsától,
3. kvantitatív meghatározásra alkalmas.

### *Irodalom*

Mint az irodalomból ismeretes, a  $C_3$ – $C_5$  alkohol-elegyek elválasztására egyaránt alkalmazhatók a töltetes és ürescső kolonnák. Számos, különféle tulajdonságokkal rendelkező stacioner fázist alkalmaznak.

Az esetben, ha a vizsgált elegy komponenseinek forráspont különbsége elég nagy, apoláros jellegű állófázis is alkalmazható. Az apoláris fázisokon az intermolekuláris kötések erőssége határozza meg a gázkromatográfiás viselkedést (1) (erre jellemző adat a forráspont).

Poláros állófázisokon elsősorban a molekula polaritása a meghatározó tényező (2), ami sokkal kevésbé egzaktan definiálható, mint a forráspont.

Igen jó elválasztást lehetett mind töltetes, mind ürescső kolonna esetében a polietilén-glikol állófázissal elérni. A két erjedési izoamilalkohol nagyon jól elválik etoxilezett alifás poliaminokkal nedvesített töltetes kolonnán (19).

Hatásosnak mutatkoznak a poliglikol – ftálsav-észter, – borkósav észter és más keverék (dioktil-szebacát + behénsav + nonil-fenol) nedvesítők. Nedvesített oszlopok esetén az elválasztásban szerepe van a hordozónak is.  $C_3$ – $C_5$  alkohol elegyek kromatográfiájához Chromosorb W (3) és Celite 545 (3) mutatkozott a legalkalmasabbnak.

A komponensek identifikálása részint modell-vegyületek felhasználásával, részben szerkezet-retenciós viselkedési összefüggések alkalmazásával (4, 5, 6, 2, 7, 8, 9) a retenciós indexet befolyásoló tényezők figyelembevételével (10) oldható meg.

Biztonságos identifikálás valósítható meg több különböző jellegű nedvesítőn való vizsgálattal (7, 11), vagy több-kolonnás kísérleti berendezés használatával (12, 8).

A detektálás általában a szokásos detektorokkal (HC, FID) történik, egyes esetekben alkalmazták az újabban elterjedő tömegspektrometriás (13) detektálási módszert is.

A kvantitatív elemzések hibája az irodalmi adatok szerint nem haladja meg a gázkromatográfiás meghatározások szokásos  $\pm 1$ –5%-os relatív hibáját (14).

### *Kísérleti eredmények és értékelésük*

Méréseinket lángionizációs detektorral ellátott, JEOL (japán) gyártmányú JGC–1100 típusú gázkromatográfyon végeztük. Előkísérleteinkben olyan oszlopokat vizsgáltunk, melyeknél a feloldó képesség elágazó láncú izomerekre nem volt jó, ugyanakkor a szénatomszám szerinti elválás várhatóan kielégítőnek ígért. Ennek megfelelően az alábbi oszlopokat vizsgáltuk:

1.  $2 \text{ m} \times 4 \text{ mm}$  üvegcsőben, 3% neopentilglikol-szukcinát, Celite hordozón
2.  $3 \text{ m} \times 4 \text{ mm}$  üvegcsőben, 10% butándiol-szukcinát, Chromosorb P hordozón
3.  $2 \text{ m} \times 4 \text{ mm}$  üvegcsőben, 10% Quadrol, Chromosorb P hordozón.

Mindhárom esetben az elválás követelményeinknek nagyjából megfelelt, de a csúcsok igen erősen tailingesek voltak, úgy, hogy a kiértékelés csak jelentős hibával volt elvégezhető.

4.  $3 \text{ m} \times 4 \text{ mm}$  saválló acélcső, 10% polietilenglikol-szukcinát + 2% OV-3, Chromosorb P hordozón.  
A következő oszloppal együtt a legmegbízhatóbb eredményt adja, bár a csúcsok alakja kissé még mindig asszimmetrikus.
5. Megfelelő minőségű kromatogramokat kaptunk a következő oszloppal:  $3 \text{ m} \times 4 \text{ mm}$  saválló acélcsőben, 25% didecil-ftalát, Celite hordozón.  
Oszlophőmérséklet:  $140 \text{ }^\circ\text{C}$ , vívógáz  $1,8 \text{ kg/cm}^2$  (belépő nyomás) nitrogén.

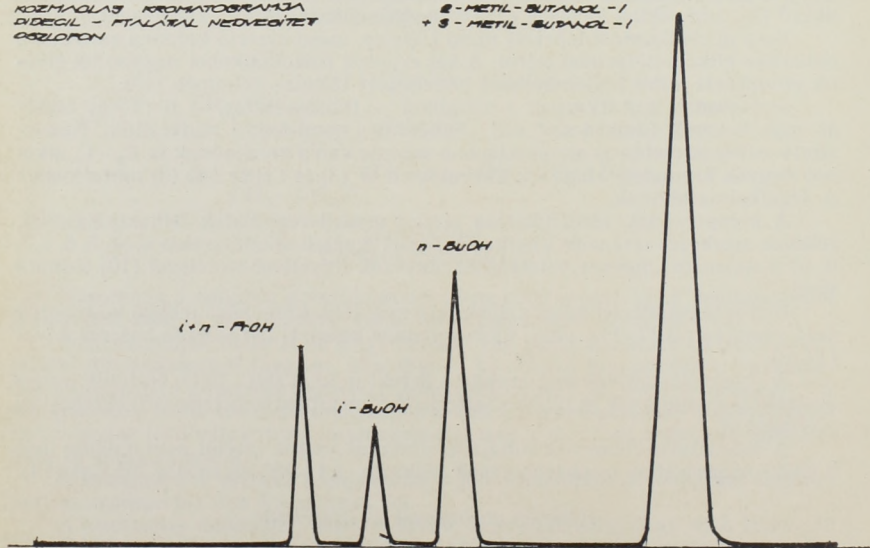
A továbbiakban ezzel az oszloppal dolgoztunk.

Egy kozmaolaj minta kromatogramját az 1. ábrán, egy mesterségesen összekevert alkoholelegy kromatogramját a 2. ábrán mutatjuk be.

Az egyes komponensek retenciós adatait az 1. táblázatban közöljük.

KOZMAOLAJ KROMATOGRAMJA  
DIDECIL - FTALÁTAL NEDVESÍTET  
OSZLOPON

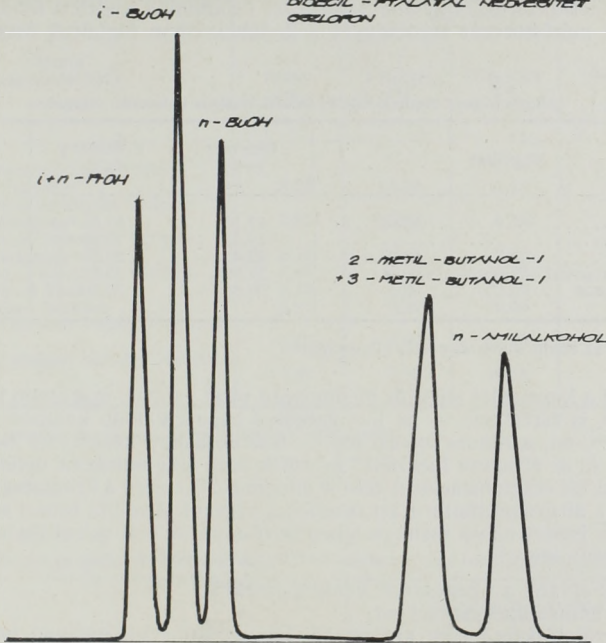
2-METIL-BUTANOL - I  
+ 3-METIL-BUTANOL - I



1. ábra

Kozmaolaj kromatogramja didecil-ftaláttal nedvesített oszlopon. Kísérleti körülmények:  $3 \text{ m} \times 4 \text{ mm}$  saválló acélcsőben, 25% didecil-ftalát, Celite hordozón. Detektor: FID. Oszlophőmérséklet:  $140 \text{ }^\circ\text{C}$ , injektorhőmérséklet:  $260 \text{ }^\circ\text{C}$ , detektorhőmérséklet:  $230 \text{ }^\circ\text{C}$ . Vívógáz:  $1,8 \text{ kg/cm}^2$  (belépő nyomás) nitrogén

ALKOHOLELEGI KROMATOGRAMJA  
DIDECIL-FTALÁTAL NEDVESÍTET  
OSZLOPON



2. ábra

Alkoholelegy kromatogramja didecil-ftaláttal nedvesített oszlopon  
Kísérleti körülmények: 3 m x 4 mm saválló acélsőben, 25% didecil-ftalát, Celite hordozón.  
Detektor: FID. Oszlophőmérséklet: 140 °C, injektorhőmérséklet: 260 °C, detektorhőmérséklet  
230 °C. Vívógáz: 1,8 kg/cm.<sup>2</sup> (belépő nyomás) nitrogén.

1. táblázat

Alkohokok relatív retenciós idő ( $t_R$ ) adatai  
a didecil-ftaláttal nedvesített (5. sz.) oszlopon

Vegyület	$t_R$
n-PrOH .....	0,72
i-PrOH .....	0,72
i-BuOH .....	1,00
n-BuOH .....	1,24
2-metil-butanol-1 .....	1,86
3-metil-butanol-1 .....	1,86
n-an ilalkohol .....	1,96

A kvantitatív meghatározás pontosságának megállapítására súlyszerint összemért alkohol-elegyeket vizsgáltunk abból a célból, hogy ellenőrizzük az irodalmi területfaktorok felhasználhatóságát, valamint a kísérleti hibát meghatározzuk. E mérésorozat eredményét a 2. táblázatban foglaltuk össze.

2. táblázat

Alkohol-elegy analízis adatai didecil-ftalátos kolonnán vizsgálva

Vegyület	Bemérés (s %)	Eredmény (s %)	Standard deviáció (szórás)
n-PrOH .....	17,16	17,61	± 0,53
i-BuOH .....	17,15	16,86	± 0,26
n-BuOH .....	22,45	22,38	± 0,34
2-metil-butanol-1 + 3-metil-butanol-1 .....	22,59	22,79	± 0,17
n-amilalkohol .....	20,66	20,36	± 0,46

Megjegyzés: az eredmények öt mérés átlagértékei.

Mivel a kozmaolaj jelentős mennyiségű vizet és más, magasabb forráspontú anyagokat is tartalmaz – az i-amilalkohol után eluálódó komponensek jelenlétét 175 °C-on, a rendes mérési idő 5–6-szorosa alatt kísérletileg is bebizonyítottuk – és az általunk használt\* készülék csak lángionizációs detektorral rendelkezik (a víz lángionizációs detektor alkalmazása esetén a kromatogramon nem észlelhető), direkt meghatározást nem lehet végezni. A minta ismert súlyú mennyiségéhez ismert súlyú mennyiségben jelzőanyagot kell mérni (belső standard alkalmazása), mely

- jól elválik a vizsgálandó komponensektől,
- szimmetrikus csúcsot ad,
- területfaktora nem különbözik lényegesen a vizsgálandó komponensekétől,
- elúciója a mérés idejét nem nagy mértékben növeli meg.

Az  $i$  komponens koncentrációja (16):

$$i \% = \frac{A_i \cdot W_{is}}{A_{is}}$$

ahol  $A_i$  = az  $i$  csúcs területe

$A_{is}$  = a belső standardnak megfelelő terület

$W_{is}$  = a belső standard súlyszázaléka a mintában.

E feltételeknek az adott körülmények között a n-amilalkohol felett megleginkább.

A fent leírt módszerrel megvizsgáltunk néhány kozmaolaj mintát, az analízis eredményét a 3. táblázat tartalmazza.

A továbbiakban összehasonlítottuk a szabvány szerinti desztillációs és a gázkromatográfiás kozmaolaj vizsgálati módot. Nagyszámú mérésorozattal meghatároztuk a két módszer szórását; ez a desztillációs eljárásnál ±5,6 a gázkromatográfiásnál ±1,84. Mindkét módszerrel megvizsgáltunk négy kozmaolaj mintát, a kapott eredményeket tartalmazza a 4. táblázat.

\* A Szeszipari Kutató Intézetben jelenleg csak az említett JEOL gázkromatográf áll rendelkezésre, mely csak lángionizációs detektorral van ellátva.

Kozmaolaj minták elemzési adatai

Minta származási helye	Vegyület			
	PrOH s %	i-BuOH s %	n-BuOH s %	2-metilbutanol-1 + 3-metilbutanol-1 s %
Szabadegyházai Szeszipari Vállalat				
Barcsi gyáregység* .....	2,53	14,32	9,73	65,73
Szabadegyházai Szeszipari Vállalat				
Barcsi gyáregység* .....	2,31	13,62	9,49	64,17
Szabadegyházai Szeszipari Vállalat				
Barcsi gyáregység* .....	2,54	14,44	9,83	65,74
Szabadegyházai Szeszipari Vállalat ..	7,98	6,96	18,44	50,93
Győri Szeszipari Vállalat .....	9,25	7,94	23,00	45,00
Győri Szeszipari Vállalat .....	9,89	6,20	16,06	48,64
Budapesti Szeszipari Vállalat Budafoki Szeszgyár .....	8,76	6,90	23,82	43,30
Budapesti Szeszipari Vállalat Óbudai Szeszgyár .....	11,37	8,59	19,18	45,93

Megjegyzés: a minta gabonaszesz desztillációjából származik.

4. táblázat

Desztillációs és gázkromatográfiás módszerrel meghatározott i-amilalkohol értékek

Minta megnevezése	i-amilalkohol tartalom s %	
	desztillációs	gázkromatográfiás
	módszerrel	
Budafoki kozmaolaj .....	35,50	43,30
Óbudai kozmaolaj .....	37,50	45,93
Győri kozmaolaj .....	36,90	48,64
Szabadegyházai kozmaolaj .....	50,20	65,74

Az eredményekből látható, hogy a desztillációval meghatározott *i*-amilalkohol tartalom jóval alacsonyabb, mint a gázkromatográfiásan meghatározott.

Mivel modellegek analizisével (2. táblázat) megbizonyítottuk a gázkromatográfiás módszer megbízhatóságát, a következőkben azt vizsgáltuk, mi az oka a desztillációval kapott alacsonyabb *i*-amilalkohol-tartalom értékeknek. Ezért megvizsgáltuk a 120 °C alatt és felett átdesztillált párlatok összetételét gázkromatográfiásan, és megállapítottuk, hogy 120 °C alatt is desztillál át *i*-amilalkohol, mint ahogy azt az 5. táblázat mutatja.

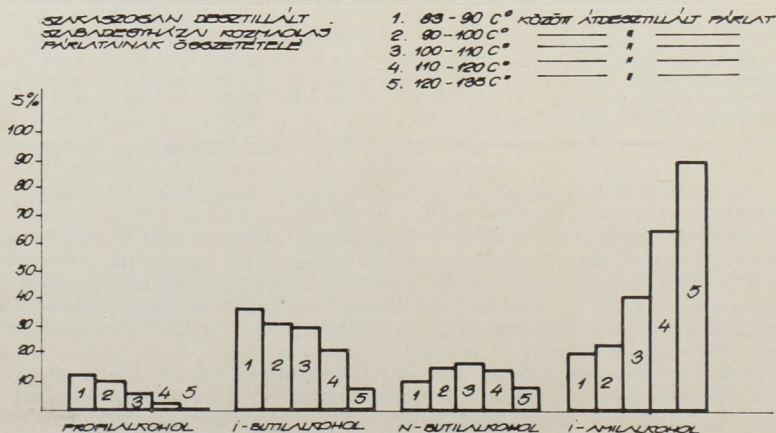
A kapott értékeket eredeti kozmaolajra számítva, figyelembe véve a párlatok abszolút mennyiségét, a következő eredményt kaptuk: 120 °C alatt az összes *i*-amilalkohol mennyiségének 35–40%-a desztillál át. Ugyanakkor a 120 °C felett átdesztillált párlatban is – amely a szabvány szerint az *i*-amilalkohol tartalomnak felel meg – található propilalkohol és *i*- illetve *n*-butilalkohol, kb. 20% mennyiségben.

Kozmaolaj desztillációjával kapott párlatok összetételének gázkromatográfiás analízise

Vegyület	Minta származási helye	
	Budafok s %	Óbuda s %
120 °C alatt:		
PrOH .....	13,36	14,65
i-BuOH .....	9,90	10,35
n-BuOH .....	33,03	20,48
2-metil-butanol-1 + 3-metil-butanol-1 .....	33,21	25,58
120 °C felett:		
PrOH .....	0,46	0,51
i-BuOH .....	2,51	3,07
n-BuOH .....	16,46	14,63
2-metil-butanol-1 + 3-metil-butanol-1 .....	80,42	81,78

Mindezek az adatok szükségessé tették a desztillációs módszer további vizsgálatát. Meg kellett állapítani, milyen hőmérsékleten kezd az i-amilalkohol át-desztillálni, esetleg a hőmérséklet határok módosításával finomítható-e a módszer pontossága. Ezért szakaszosan desztilláltunk kozmaolaj mintákat, a párlatokat 10 °C-onként fogva fel, és minden egyes párlatot analizáltunk gázkromatográfián. Az eredményeket a 3. és 4. ábra tartalmazza.

Látható, hogy az i-amilalkohol már az első, (83 °C-on kezdett desztillálni a kozmaolaj) 83–90 °C között át-desztillált párlatban megtalálható, annak mintegy 19–22%-át teszi ki. Ez az érték a hőmérséklet emelkedésével egyre nő. Az i-amilalkohol mennyiségének a megoszlása az egyes párlatokban a következő:

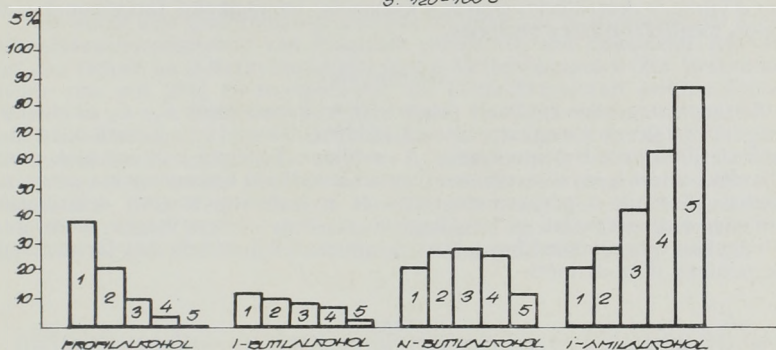


3. ábra

Szakaszosan desztillált kozmaolaj párlatainak összetétele. Győri Szeszipari Vállalat

SZAKASZOSAN DESZTILLÁLT  
STŐREI KOZMAOLAJ  
PÁRLATAINAK ÖSSZETÉTELE

- |   |       |       |
|---|-------|-------|
| 1. 83-90 °C KÖZÖTT ÁTDESZTILLÁLT PÁRLAT | ===== | ===== |
| 2. 90-100 °C                            | ===== | ===== |
| 3. 100-110 °C                           | ===== | ===== |
| 4. 110-120 °C                           | ===== | ===== |
| 5. 120-135 °C                           | ===== | ===== |



4. ábra

Szakaszosan desztillált kozmaolaj párlatainak összetétele. Szabadegyházai Szeszipari Vállalat Barcsi gyáregység

Győri kozmaolaj

Kiindulási térfogat 100 cm<sup>3</sup>

83- 90 °C között 3,3 cm<sup>3</sup> az összes i-amilalkohol 6,57%-a,

90- 100 °C között 5,4 cm<sup>3</sup> az összes i-amilalkohol 10,98%-a,

100- 110 °C között 6,4 cm<sup>3</sup> az összes i-amilalkohol 12,75%-a,

110- 120 °C között 7,7 cm<sup>3</sup> az összes i-amilalkohol 15,40%-a,

120- 135 °C között 27,0 cm<sup>3</sup> az összes i-amilalkohol 55,24%-a

desztillált át.

Összesen átdesztillált 49,8 cm<sup>3</sup> i-amilalkohol (a desztillációs módszerrel meghatározott i-amilalkohol mennyiség 36,9%, a gázkromatográfiás módszerrel 48,64%).

Szabadegyházai kozmaolaj

Kiindulási térfogat 100 cm<sup>3</sup>

83- 90 °C között 0,4 cm<sup>3</sup>, az összes i-amilalkohol 0,57%-a,

90- 100 °C között 1,5 cm<sup>3</sup>, az összes i-amilalkohol 2,27%-a,

100- 110 °C között 5,7 cm<sup>3</sup>, az összes i-amilalkohol 8,53%-a,

110- 120 °C között 17,5 cm<sup>3</sup>, az összes i-amilalkohol 26,43%-a,

120- 130 °C között 41,3 cm<sup>3</sup>, az összes i-amilalkohol 62,18%-a

desztillált át.

Összesen átdesztillált 66,40 cm<sup>3</sup> i-amilalkohol (a desztillációs módszerrel meghatározott i-amilalkohol mennyiség 50,2%, a gázkromatográfiás módszerrel 65,74%).

A propilalkohol és az i-butilalkohol mennyisége a hőmérséklet emelkedésével fokozatosan csökken, míg a n-butilalkohol mennyisége 110 °C-ig kis mértékben növekszik, ezután csökken.

Ezekből az eredményekből megállapítható, hogy a szabványban leírt desztillációs készülék nem alkalmas az alkoholok tökéletes szétválasztására. A két



módszerrel kapott eredmények között csak azért nem nagyobb az eltérés, mert a 120–135 °C között átdesztillált párlat sem tiszta i-amilalkohol, hanem tartalmazza az alacsonyabb szénatomszámú alkoholokat is. Így az i-amilalkohol mennyiségi meghatározásánál megadott hőmérséklet határok megváltoztatásának nincs értelme, a desztillációs eljárás a kozmaolaj i-amilalkohol tartalmának csak közelítő meghatározására alkalmas.

### Összefoglalás

Gázkromatográfiás módszert dolgoztunk ki kozmaolajok  $C_3$ – $C_5$  alkoholtartalma összetételének a meghatározására, különös tekintettel a 2-metil-butanol-1 és a 3-metil-butanol-1 mennyiségére. A módszer kielégítő pontossággal, minimális előkészítést igényelve, rutinszerűen alkalmazható kozmaolajok analizésére. Összehasonlítottuk a gázkromatográfiás és a szabvány szerinti desztillációs kozmaolaj meghatározást és megállapítottuk, hogy a desztillációs módszer a szabványban megadott módon a kozmaolajban levő i-amilalkohol tartalomnak csak mintegy 60%-át méri.

### IRODALOM

- (1) Bonastre, J., Gernier, P.: Bull. Soc. Chim. France, 118, 1968.
- (2) Gvozdivics, T. N., Kovaljeva, M. P., Petrova, G. K.: Nyeftehim., 8, 123, 1968.
- (3) Eltre, L. S.: J. Chromatogr., 4, 166, 1960.
- (4) Baykul, S.: Istambul Univ. Fen Fak. Mecm., Seri C, 31, 105, 1966.
- (5) Burger, J. D.: J. Gas Chromatogr., 6, 177, 1968.
- (6) Evans, M. B., Smith, J. F.: J. Chromatogr., 5, 300, 1961.
- (7) Liu, T.-C., Huang, E. T., Chang, L.-C., Wang, F. A.: Hua Hsüeh Pao, 29, 227, 1963.
- (8) Merritt, C., Walsh, J. T.: Anal. Chem., 34, 908, 1962.
- (9) Sarf, V. Z., Andrejev, L. N., Ponomareva, S. A., Nazaryan, A. A.: Nyeftehim., 7, 314, 1967.
- (10) Bonastre, J., Gernier, P.: Bull. Soc. Chim. France, 118, 1968.
- (11) Zarazir, D., Chovin, P., Guichon, G.: Comptes rend. (C), 266, 1025, 1968.
- (12) Bombaugh, K. J., Hayes, B. J., Shaw, W. R.: J. Gas Chromatogr., 3, 373, 1968.
- (13) Zahn, C., Sharkev, A. G., Wender, I.: US Bur. Mines, Rept. Invest. No. 5976, 1962.
- (14) Murata, Y., Takenishi, T.: Kogyo Kagaku Zasshi, 64, 787, 1961.
- (15) Dietz, W. A.: J. Gas Chromatogr., 2, 68, 1967.
- (16) Szepezy, L.: Gázkromatográfia. Műszaki Könyvkiadó. Bp. 1970.
- (17) Kmetty, Gy., Kudron, J.: Erjedézipari Technológia. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1965.
- (18) Deak, T., Novák, E.: Kísérletek tervezése és értékelése. Kossuth Könyvkiadó, Budapest, 1969.
- (19) Ötvös I., Bartha B., Pályi Gy.: 2. Kromatográfiás Vándorgyűlés, Szeged, 1972. Előadások. MKE, Budapest, 1972. p. 163.

### ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА СИВУШНЕГО МАСЛА

И. Етвёш, И. Сэн, И. Бикфалви, Л. Пастор, Дю. Пальи

Авторы разработали газохроматографический метод для определения состава спирта  $C^3$ – $C^5$  в сивушном масле с особым вниманием на количество – 2-метилбутанола и на 3-метилбутанол-1, для определения применяли колонку где в  $3\text{м} \times 4$  мм-овой кислотостойком стальном трубопроводе содержалось 25% дидецилфталат на носителе Целите. Температура колонки составляла 140°C, газоноситель 1,8 кг/см<sup>2</sup> (вступительное давление) азот. Метод применим с достаточной точностью для рутинного анализа сивушного масла и требует только минимальную подготовку. Авторы сравнили газохроматографический и дестилационный метод определения сивушного масла и установили, что дестилационным методом возможно измерить приблизительно 60% содержания 1-аминокислоты сивушного масла.

## GASCHROMATOGRAPHISCHE BESTIMMUNG DER ZUSAMMENSETZUNG VON FUSELÖLEN

I. Ötvös, I. Szép, I. Bikfalvi, L. Pásztor und Gy. Pályi

Es wurde eine gaschromatographische Methode zur Bestimmung der  $C_3$ – $C_5$ -Alkoholzusammensetzung von Fuselölen entwickelt, mit besonderer Rücksicht auf den Gehalt an 2-Methylbutanol-1 und 3-Methylbutanol-1. Zur Bestimmung diente eine mit 25% Dodecylphthalat auf Celite-Trägerstoff gefüllte Säule in einem  $3\text{ m} \times 4\text{ mm}$  Rohr aus rostfreiem Stahl. Die Säuletemperatur war  $140^\circ\text{C}$ , und Stickstoff unter einem Eintrittsdruck von  $1,8\text{ kg/cm}^2$  wurde als Trägergas verwendet. Die Genauigkeit der Methode ist genügend, die benötigte Vorbereitung ist gering, daher ist die Methode zu einer routinemässigen Analyse von Fuselölen verwendbar. Beim Vergleich einer Fuselölbestimmung durch Gaschromatographie mit der durch Destillation wurde festgestellt, dass die Destillationsmethode nur etwa 60% des im Fuselöl anwesenden Isoamylalkoholgehalts anzeigt.

## DETERMINATION OF THE COMPOSITION OF FUSEL OILS BY GAS CHROMATOGRAPHY

I. Ötvös, I. Szép, I. Bikfalvi, L. Pásztor und Gy. Pályi

A gas chromatographic method was developed for the determination of the  $C_3$ – $C_5$  alcohol composition in fusel oils, with particular respect to the amounts of 2-methylbutanol-1 and of 3-methylbutanol-1. The column applied at the determination was a  $3\text{ m} \times 4\text{ mm}$  tube of stainless steel packed with Celite carrier containing 25% of dodecyl phthalate. The temperature of the column was  $140^\circ\text{C}$ , and the carrier gas was nitrogen at an initial pressure of  $1.8\text{ kg/cm}^2$ . The accuracy of the method is satisfactory, only a minimum preparation is needed, and the procedure can be applied to the routine analysis of fusel oils. On comparing the analytical data of a fusel oil obtained with gas chromatography and those obtained by distillation it was found that only about 60% of the isoamylalcohol content of the fusel oil is determined by the distillation method.

---

## KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

---

M. NAGY

### **Arszén meghatározása almában**

(*Arszenbestimmung in Äpfeln*)

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 70,  
5, 173, 1974.

A szerző almából történő arzénmeghatározási tapasztalatait írja le.

A homogenizált egész almából aliquot részt  $\text{MgO}$ ,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  és cellulózpor hozzáadása után szárazon hamvasztott el. Az arzént hidrogénvegyü-

lete segítségével ezüstdietilditiokarbammáttal spektrofotometriásan  $545\text{ mm}$ -nél határozta meg.

A módszerrel a hozzáadott arzén 90–100% között nyerhető vissza, 50 g alma beméréséből még  $0,01\text{ mg/kg}$  arzén meghatározható.

A szerző megállapította, hogy az arzén a héjon át behatol a gyümölcs húsába.

Bálint M.  
Zalaegerszeg