

Pálinkák metilalkohol tartalmának gázkromatográfiás meghatározása

ZALAPÉTER és KLATSMÁNYI JÁNOS

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Zalaegerszeg

Érkezett: 1981. február 5.

A pálinkák metilalkoholtartalmának meghatározására Magyarországon az MSZ 9589–72 szabvány a mérvadó (1). *Denigés–Fellenberg* f. módszer.

E szabvány szerint a pálinkák metilalkoholtartalmát káliumpermanganáttal formaldehiddé oxidáljuk, majd kénsavas fukszin oldattal (Schiff oldat) színes származékot képezünk. A kialakult színt – amely arányos a metilalkohol tartalommal – ismert mennyiségű metilalkoholt tartalmazó etilalkohol oldatból képzett színnel hasonlítjuk össze.

A műszeres analitika, a gázkromatográfiás technika fejlődése, és nem utolsósorban az a tény, hogy hazánkban is egyre több gázkromatográf üzemel, vetette fel annak a lehetőségét, hogy gyors, pontos és sorozatvizsgálatokra is használható módszert próbáljunk ki a pálinkafélék metilalkoholtartalmának meghatározására.

Hasonló módszert már előttünk is közöltek. *Seyfarth és Wesenberg* (2) már 1973-ban gázkromatográffal határozta meg szeszipari termékekből a metilalkoholt. A vizsgálatokat 3 méteres kolonnán 10% trietanolamin-tartalmú porolit hordozón végzi 90°C-on.

Becze, Smith és Vaughn (8) Carbowax 1500-as megoszlátón Chromosorb P hordozón választja el a metilalkoholt.

Vizsgálati módszer

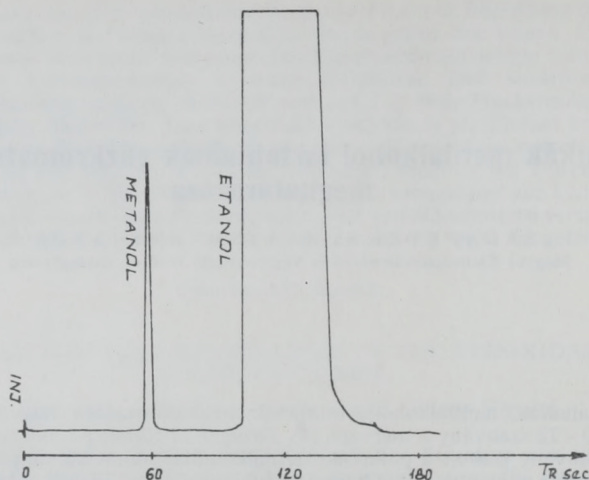
Az általunk ajánlott módszert már öt éve használjuk jó eredménnyel. Több hordozót és megoszlátót próbáltunk ki. Szerintünk a PORAPAK Q 80–100 mesh, nagyon jó szelektivitást és rövid analízis időt tett lehetővé, s nem elhanyagolandó az sem, hogy közvetlen injektálás során az oszlopra kerülő tekintélyes mennyiségű víznek és szennyező komponenseknek is jól ellenállt.

További előnye, hogy nem kell nedvesíteni, közvetlenül kolonnába töltve kondicionálás után felhasználható.

A módszer $\pm 2,0$ rel. %-os szórással alkalmas pálinkafélék metilalkohol tartalmának meghatározására.

Felhasznált eszközök

Méréseinket Packard Model 419 típusú gázkromatográffal végeztük. Az értékeléshez Packard Model 602 típusú integrátort használtunk.



1. ábra
Vegyes gyümölcspálinka kromatogramja

1. táblázat

Pálinkák metilalkoholtartalma

Sorszám	Termék megnevezése	Metilalkoholtart. % ($\frac{v}{v}$)
1.	Zalai vegyes gyümölcspálinka	0,41
2.	Zalai törköly pálinka	0,76
3.	Zalai kékszilva pálinka	0,56
4.	Zalai körte pálinka	0,50
5.	Valódi zalai gyümölcspálinka	0,72
6.	Valódi zalai almapálinka	0,38
7.	Valódi őszibarackpálinka	0,29
8.	Barackpálinka	0,15
9.	Valódi cseresznyepálinka	0,41

A gázkromatográfiás meghatározás paraméterei

Kolonna	1 m hosszú 6/2 mm pyrex üveg töltet: Porapak Q 80–100 mesh
Termosztát	100 C°
Injektor	140 C°
Detektor	140 C° Lángionizációs
Vívőgáz	Nitrogén 30 cm ³ /min
Hidrogén	a detektor optimuma szerint
Levegő	a detektor optimuma szerint

Eljárás:

A vizsgálandó mintákból, valamint a standard oldatokból 3–3 mm³-t a kolonára injektálunk és felvesszük a kromatogramot (1. ábra).

Standard oldatok készítése

100 cm³ mérőlombikba kb. 50 cm³ 50% $\left(\frac{v}{v}\right)$ -os etilalkohol-víz elegyet öntünk, majd erre pontosan 4 cm³ alt. metanolt pipettázunk. A lombikot 50% $\left(\frac{v}{v}\right)$ etilalkohol-víz eleggyel jelig töltjük. Az oldatból további hígításokkal 2,0 1,0 0,5 0,1% $\left(\frac{v}{v}\right)$ metilalkohol tartalmú oldatokat készítünk.

Értékelés

A standardok metilalkohol csúcsának retenciósideje alapján azonosítjuk a pálinka metilalkohol csúcsát. A területeket kiszámítjuk és a standardok csúcs alatti területértékeit a koncentráció függvényében ábrázoljuk.

A kalibráló egyenest a legkisebb négyzetek módszerével illeszthetjük a mérési pontokhoz. Az ábrázolásnál, illetve számításnál felhasználhatjuk a 0,0% $\left(\frac{v}{v}\right)$ – 0 terület pontot is. A kalibrációs egyenes alapján leolvassuk, vagy a mért területértékek alapján számítjuk a minta metilalkohol tartalmát % $\left(\frac{v}{v}\right)$ -ban. Méréseinket az 1. táblázatban foglaltuk össze. A vizsgálatok szerint valamennyi minta metilalkohol-tartalma megfelelt a minőségi követelményeknek.

Vizsgálatok

Megmértük egy vegyes gyümölcspálinka metilalkohol tartalmát 10 párhuzamos méréssel. A mért metilalkohol tartalom 0,4% $\left(\frac{v}{v}\right)$, rel. szórás = $\pm 2,0\%$.

A metilalkohol tartalmat alt. tisztaságú metanol adagolásával 0,8% $\left(\frac{v}{v}\right)$ -ra növeltük és megint 10 párhuzamos mérést végeztünk. A mért metilalkohol tartalom 0,8% $\left(\frac{v}{v}\right)$ rel. szórás = $\pm 0,9\%$.

Az MSZ 9589–72 „Likőr és pálinkakészítmények fizikai és vegyi vizsgálata” c. szabvány metilalkohol tartalom meghatározásának döntő módszere $\pm 0,2\%$ $\left(\frac{v}{v}\right)$ eltérést enged meg két párhuzamos mérés között.

A gázkromatográfias módszerrel 10 párhuzamos mérés terjedelme a középérték átlagának százalékában 6,1% illetve 2,3%. Ezek az eltérések a 0,4 és 0,8% $\left(\frac{v}{v}\right)$ metanoltartalmú mintáknál 0,02% $\left(\frac{v}{v}\right)$ abszolút eltérésnek felelnek meg.

Mérsi eredményeink szerint a gázkromatográfiás módszerrel végzett mérések hibája csupán 10%-a a jelenleg érvényben levő szabvány által megengedett hibának. A meghatározás időigénye kevés, kb. 5 perc, mert közvetlen injektálással, mintaelőkészítés nélkül történik.

I R O D A L O M

- (1) MSZ 9589-72 Likőr és pálinka készítmények fizikai és vegyi vizsgálata
- (2) Seyfarth, W. — Wesenberg K.: Die Lebensmittel Industrie 20, 219, 1973.
- (3) Daniels, D. G. H.: J. Gas Chromatogr. 4, 305, 1966.
- (4) Drews, B. — Specht, H.: Z. Anal. Chem 189, 323, 1962.
- (5) Lindsay, S. — Waddington, J.: J. Chromatogr. 36, 145, 1968.
- (6) Van den Heuvel: J. Chromatogr. 79, 263, 1965.
- (7) Wood, R.: J. Gas. Chromatogr. 6, 94, 1968.
- (8) Becze. — Smith. — Vaughn: J.A.O.A.C. 50, 311, 1967.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕТИЛОВОГО СПИРТА В САМОГОНКАХ

П. Зала и Ц. Клaтшмани

Авторы газохроматографическим способом определяли содержание метилового спирта в самогонках получаемых в Венгрии (особенно за Дунаем). Образцы взятых из разных самогонок без всякой подготовки, непосредственно подаются в прибор. В процессе исследования установили, что во всех испытанных самогонках содержание метилового спирта соответствовало качественным требованиям т.е. не достигло 2%.

GASCHROMATOGRAPHISCHE BESTIMMUNG DES METHANOLGEHALTES VON BRANNTWEINEN

P. Zala und J. Klatsmányi

Eine gaschromatographische Methode wurde zur Bestimmung des Methanolgehaltes von in Ungarn (hauptsächlich in Transdanubien) gebrannten Branntweinen entwickelt. Die aus diesen Branntweinen entnommenen Muster werden ohne irgendeine Vorbereitung unmittelbar ins Gerät injiziert. Es wurde bei den Untersuchungen festgestellt, dass der Methanolgehalt aller analysierter Branntweinen den qualitativen Vorschriften entsprach, d.h. weniger als 2 Vol.% betrug.

DETERMINATION OF THE METHANOL CONTENT IN BRANDIES BY GAS CHROMATOGRAPHY

P. Zala and J. Klatsmányi

A gas chromatographic method was developed for the determination of the methanol content of brandies distilled in Hungary (mainly in the Transdanubian region). The samples withdrawn from these brandies are injected directly into the apparatus without any preparation. In the course of the investigations it was found that all brandies met the requirements for methanol content in that their methanol content was under 2% by volume.