

ЕКСПРЕС-АНАЛІЗ ІЗОМЕРІВ ІЗОАМІЛОВОГО СПИРТУ БРОДІННЯ МЕТОДОМ ГАЗО-ТВЕРДОФАЗНОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Розроблено оригінальну методику газо-твердофазної хроматографії для розділення ізоамілового спирту бродіння на два ізомери — 2-метил-1-бутанол і 3-метил-1-бутанол. Встановлено, що газо-твердофазний варіант хроматографії дає можливість проаналізувати зразки за 2 хв 40 с.

Разработана оригинальная методика газо-твердофазной хроматографии для разделения изоамилового спирта брожения на два изомера — 2-метил-1-бутанол и 3-метил-1-бутанол. Установлено, что газо-твердо-фазный вариант хроматографии обеспечивает проведение анализа образцов за 2 мин 40 с.

В останні роки при оцінюванні якості харчових продуктів гостро постала проблема ідентифікації фальсифікованих продуктів і напоїв, що потребує розроблення принципово нових, специфічних методик аналізу. Для вирішення таких завдань перспективним є методи газової хроматографії, які дають змогу проаналізувати компонентний склад різних технологічних середовищ. Здебільшого такі дослідження базуються на варіантах газорідної, газо-адсорбційної хроматографії. У світовій практиці відомо газо-твердофазну хроматографію, яка дає змогу поширити можливості хроматографії, особливо при вирішенні нетрадиційних завдань.

Метою нашого дослідження було розроблення методики розділення ізоамілового спирту бродіння на два ізомери — 2-метил-1-бутанол і 3-метил-1-бутанол. Співвідношення цих ізомерів у дослідних зразках дає можливість розпізнати вид вихідної сировини технології спиртовмісних продуктів, а також оцінити коньяки та інші продукти на достовірність.

Відомо, що основою газохроматографічного розділення є хімічна природа нерухомої фази, що зумовлює спорідненість її з компонентами суміші. Це фіксується на хроматограмі послідовним виходом окремих компонентів з колонки. Таку спорідненість забезпечують міжмолекулярні взаємодії трьох видів: орієнтаційні, індукційні, дисперсійні. Висока спорідненість характерна і тоді, коли площини поляризації оптично-активного компонента і оптично-активної фази мають однакові знаки [1].

Було з'ясовано, що капілярні колонки з нерухомою фазою FFAP, які рекомендуються міжнародним стандартом, та капілярні колонки з нерухомими фазами Carbowax 20M, OV-303, SE-30 не забезпечують розділення цих ізомерів. Цей факт можна спостерігати і при дослідженнях брендів відомою фірмою Hewlett Packard (рис. 1).

Набивні колонки з нерухомою фазою типу поліетиленгліколь також не дають повного розділення ізомерів.

Головним завданням наших досліджень було вибір нерухомої фази, яка б давала змогу вирішити ці проблеми, використовуючи різну оптичну активність ізо-

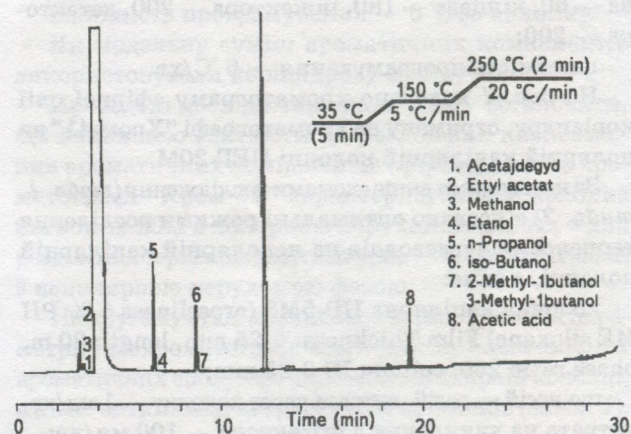


Рис. 1. Хроматограма брендів, що отримана на капілярній колонці з нерухомою фазою FFAP (за матеріалами Hewlett Packard)

мерів, а саме оптичну активність 2-метил-1-бутанолу та оптичну недіяльність 3-метил-1-бутанолу.

На основі проведених досліджень було вирішено за нерухому фазу використати багатоатомний спирт d-маніт, який має оптичну активність зі знаком обертання площини поляризації (+), що є протилежним відносно 2-метил-1-бутанолу, знак обертання площини поляризації якого (-). Таким чином, оптично активний 2-метил-1-бутанол проявляє меншу селективність до d-маніту, ніж 3-метил-1-бутанол, що і забезпечує повне розділення ізомерів.

У газорідинній хроматографії d-маніт як рідку нерухому фазу використовують при температурах 165...200 °C. При температурі нижче ніж 160 °C d-маніт перебуває в кристалічній формі, що було використано нами для газо-твердофазного варіанта хроматографії [2]. Щоб здійснити такий варіант хроматографії, було виготовлено спеціальну колонку та встановлено такі оптимальні умови аналізу:

тип хроматографа — Цвет-100;
твердий носій — хромсорб WAW, 80–100 меш;
нерухома фаза — d-маніт, 10 % до маси твердо-го носія;

температура в термостаті колонок — 90 °C;
тип детектора — полум'яно-іонізаційний;
витрати: водню — 33 мл/хв, повітря — 330 мл/хв;
витрати газу — носія азоту на виході колонки — 33 мл/хв;

розміри колонки: довжина 3 м, внутрішній діаметр — 3 мм;

тривалість аналізу — 2 хв 40 с.

Такі умови аналізу забезпечують повне розділення ізомерів, про що свідчить хроматограма спиртів сивушного масла, яка наведена на *рис. 2*. На хроматограмі: 1 — метанол, 2 — етанол, 3 — н-пропанол, 4 — ізобутанол, 5 — н-бутанол, 6 — 2-метил-1-бутанол, 7 — 3-метил-1-бутанол — ізомери ізоамілового спирту.

Як свідчить наведена хроматограма, розділення ізомерів ізоамілового спирту здійснюється за 2 хв 40 с.

Якість хроматографічної колонки контролювали критерієм розділення, який визначали за конт-

рольною парою: 2-метил-1-бутанол, 3-метил-1-бутанол. Розрахунок здійснювали за формулами:

$$K = \Delta V_R / (b_1 + b_2);$$

$$\Delta V_R = (V_2 - V_1),$$

де ΔV_R — різниця об'ємів утримання першого (V_1) і другого (V_2) компонентів контрольної пари речовин; b_1, b_2 — ширини піків на половині висоти першого та другого компонентів.

За розробленою методикою значення критерію розділення K для пари 2-метил-1-бутанол, 3-метил-1-бутанол становить 1,5.

Висновки. Розроблено оригінальну методику газо-твердофазної хроматографії для розділення ізоамілового спирту бродіння на два ізомери — 2-метил-1-бутанол і 3-метил-1-бутанол, кількісне співвідношення яких дає змогу розпізнати вид вихідної сировини технології спиртопродуктів, оцінити коньяки та інші продукти на достовірність.

Газо-твердофазний варіант хроматографії дає можливість проаналізувати зразки за 2 хв 40 с, тому ця методика належить до експрес-аналізу.

ЛІТЕРАТУРА

1. Mojs A., Milewski J., Zbief M. Badania nad opracowaniem metody chromatograficznego oznaczania fuzh w wyrobach spirytusowych // Inst. lab. bad. przem. spoz. — 2001. — № 56. — Р. 95–112.

2. Яшин Я.И. Физико-химические основы хроматографического разделения. — М.: Изд-во «Химия», 1976. — 216 с.

Одержана редколлегією 21.01.04 р.

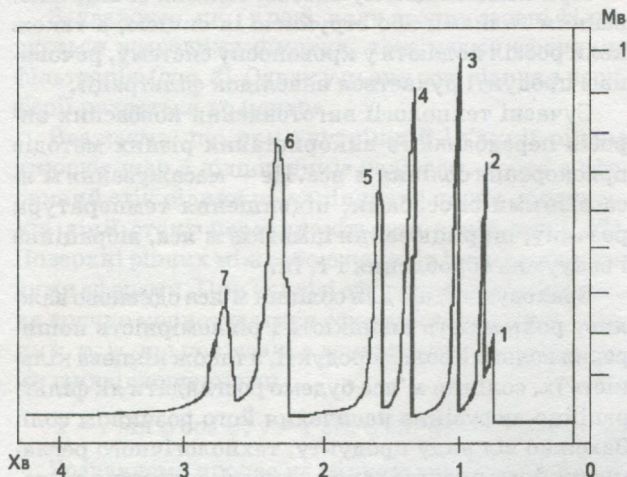


Рис. 2. Хроматограма спиртів сивушного масла