

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СПИРТА ПОСЛЕ УГЛЕВАНИЯ

Задача исследования. Провести е хромато-масс-спектрометрическое исследование образцов спирта.

На исследование представлены следующие образцы:

Образец	Шифр/номер
Спирт. Сахар, НБК, углевание. Буфер +ТРК + ЦП. Крепость 96%, 0,5 л 80616.	8
Спирт ректификованный из сахарной браги, 1 проход. Буфер, ЦП, сахар. 96+ 07.06.16.	9
Сырец длительного углевания после НБК. 60+. Сахар, НБК. 07.06.16	10

Методы исследования. Идентификацию и количественное определение летучих компонентов и компонентов возраста выполняли методом хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС).

1.Методика идентификации и количественного определения состава летучих компонентов методом хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС). Анализ проводили на хромато-масс-спектрометрической системе Agilent 6890/5973N с масс-селективным детектором. Температура узла ввода пробы – 180⁰С, аналитического интерфейса 190⁰С. Разделение проводили на кварцевой капиллярной колонке с неподвижной фазой (НФ) HP-FFAP длиной 50 м, внутр. диаметром 0,32 мм, толщина пленки НФ 0,5 мкм. Скорость потока газа-носителя 1,2 мл/мин, средняя линейная скорость газа-носителя 32 см/сек. Объем вводимой пробы 1 мкл при делении потока 1/10.

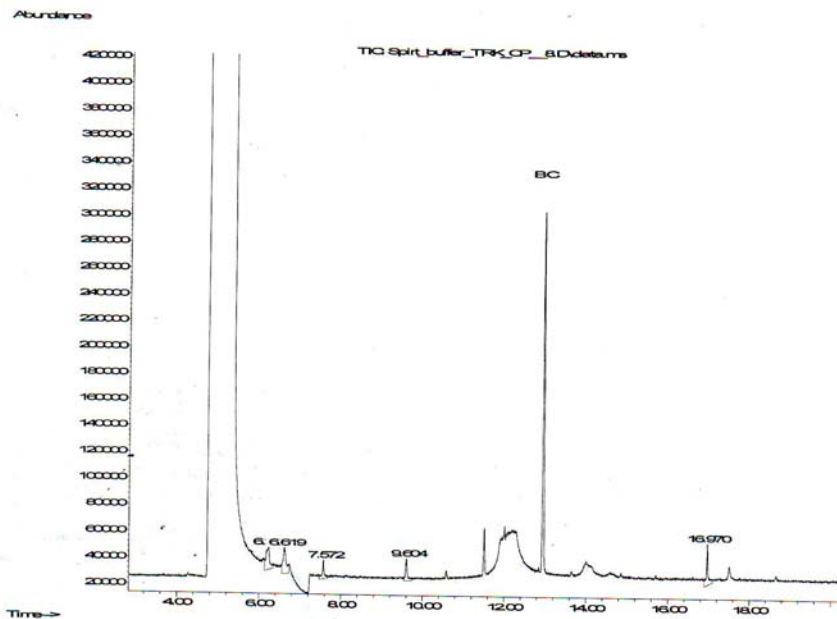
Регистрацию сигнала проводили по полному ионному току (SCAN) в диапазоне масс m/z 29 – 300 а.е.м.

Внутренний стандарт. В качестве внутреннего стандарта для методов ГХ-МС и ГХ-ДИП использовали циклогексанол, который добавляли к анализируемым пробам и стандартным смесям до концентрации 28мг/дм³.

Количественный анализ. Калибровку прибора выполняли стандартным образцом летучих веществ FFP210507

Регистрацию сигнала проводили по полному ионному току (SCAN) в диапазоне масс m/z 29 – 550 а.е.м. Количественный анализ проводили по выбранным ионам: m/z 152, 151, 178, 181, 182, 99, 164, 88,73.

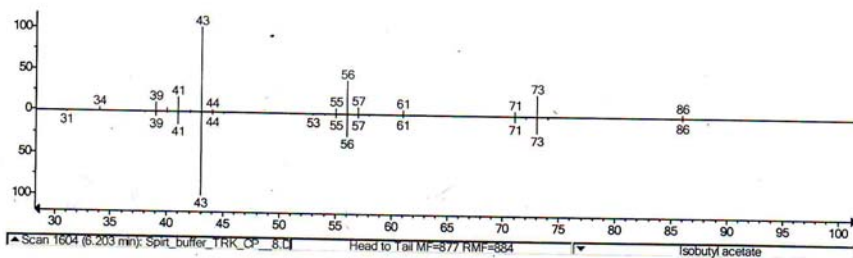
Образец № 8. Спирт, Сахар, НБК, углевание. Буфер +ТРК + ЦП. Крепость 96%., 0.5 л 80616.

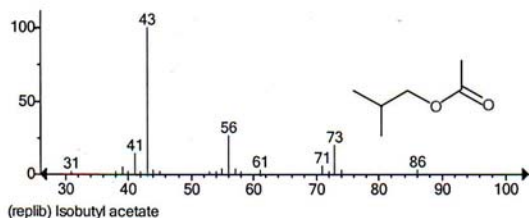


Ритс.1. Хроматографический прпофиль по полному ионному току образца № 8:Спирт. Сахар, НБК, углевание. Буфер +ТРК + ЦП. Крепость 96%., 0.5 л 80616.

Компоненты, идентифицированные в образце №8

1. Изобутилацетат, 2.9 мг/л.





Name: Isobutyl acetate

Formula: C₆H₁₂O₂

MW: 116 Exact Mass: 116.0837297 CAS#: 110-19-0 NIST#: 367884 ID#: 2107 DB: replib

Other DBs: Fine, TSCA, RTECS, EPA, HODOC, NIH, EINECS

Contributor: V.G. Zaikin, R.S.Borisov, TIPS RAS, Moscow, Russia

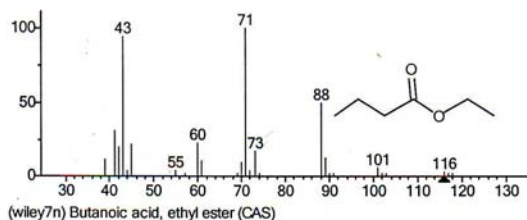
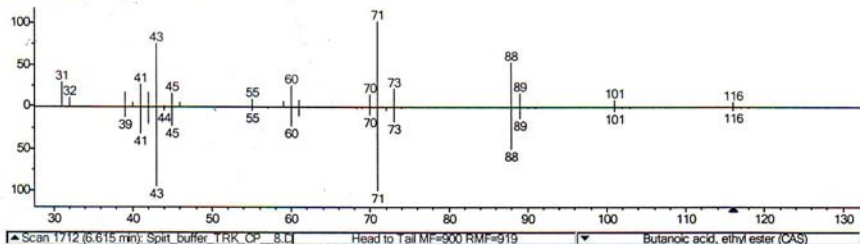
10 largest peaks:

43 999 | 56 258 | 73 192 | 41 138 | 71 53 |
39 43 | 55 34 | 57 33 | 86 25 | 74 24 |

Synonyms:

- 1.Acetic acid, 2-methylpropyl ester
- 2.Acetic acid, isobutyl ester
- 3.6-Methylpropyl ethanoate

2. Этилбутират 3.8 мг/л.



Name: Butanoic acid, ethyl ester (CAS)

Formula: C₆H₁₂O₂

MW: 116 Exact Mass: 116.0837297 CAS#: 105-54-4 ID#: 16476 DB: wiley7n

Other DBs: None

Comment: QI=528, Source=JZ-1992-3526-0

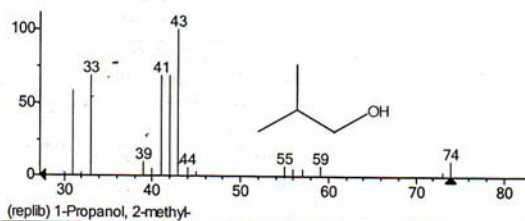
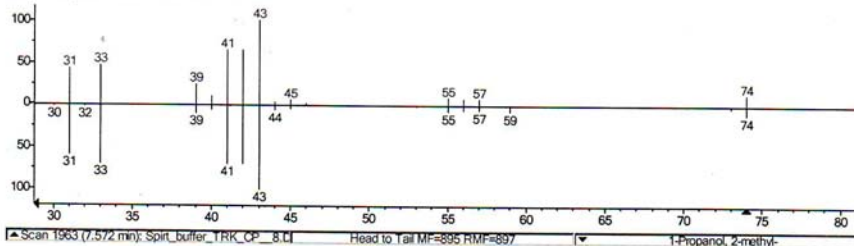
10 largest peaks:

71 999 | 43 935 | 88 487 | 41 305 | 60 216 |
45 214 | 42 192 | 73 159 | 89 118 | 39 108 |

Synonyms:

1. Ethyl butyrate
2. Butyric acid ethyl ester

3. Изобутанол 2.8 мг/л.



Name: 1-Propanol, 2-methyl-

Formula: C₄H₁₀O

MW: 74 Exact Mass: 74.073165 CAS#: 78-83-1 NIST#: 285413 ID#: 1660 DB: replib

Other DBs: Fine, TSCA, RTECS, EPA, HODOC, NIH, EINECS, IRDB

Contributor: W.Jennings, T.Shibamoto

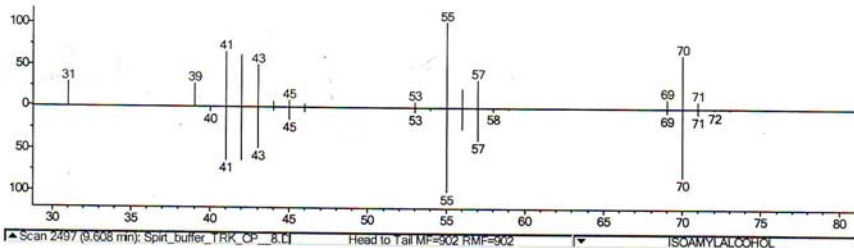
10 largest peaks:

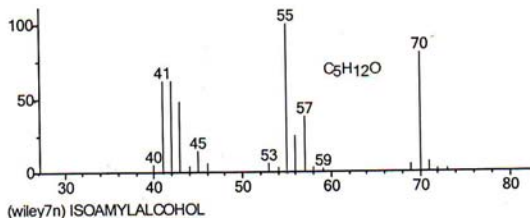
43 999 | 33 679 | 41 679 | 42 679 | 31 572 |
27 267 | 29 129 | 74 99 | 39 89 | 55 59 |

Synonyms:

1. Isobutyl alcohol
2. Isobutanol

4. Изоамиловый спирт 3.42 мг/л.





Name: ISOAMYLALCOHOL

Formula: C₅H₁₂O

MW: 88 Exact Mass: 88.088815 ID#: 4960 DB: wiley7n

Comment: QI=427, Source=JZ-1992-5183-0

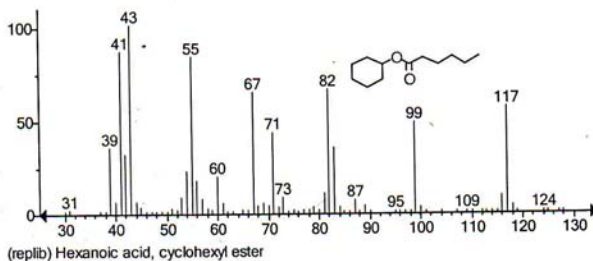
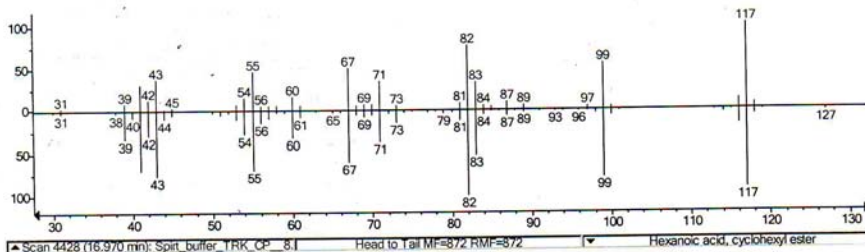
10 largest peaks:

55 999	70 797	41 612	42 612	43 474
57 367	56 240	45 132	71 59	46 51

Synonyms:

no synonyms.

5. Циклогексидгексаноат, 5.8 мг/л



Name: Hexanoic acid, cyclohexyl ester

Formula: C₁₂H₂₂O₂

MW: 198 Exact Mass: 198.16198 CAS#: 6243-10-3 NIST#: 160131 ID#: 1726 DB: replib

Other DBs: EINECS, IRDB

Contributor: Chemical Concepts

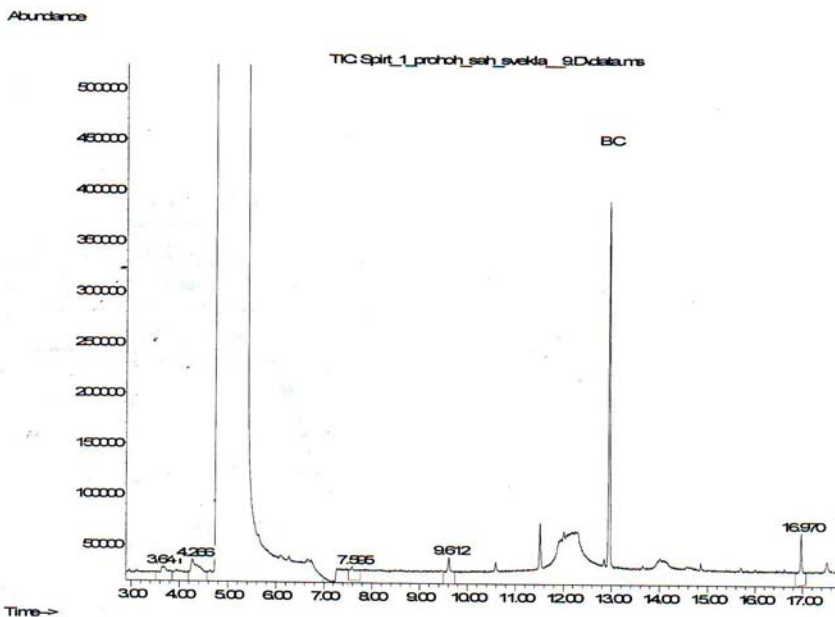
10 largest peaks:

43 999	41 857	55 826	82 650	67 639
117 559	29 514	99 476	27 447	71 430

Synonyms:

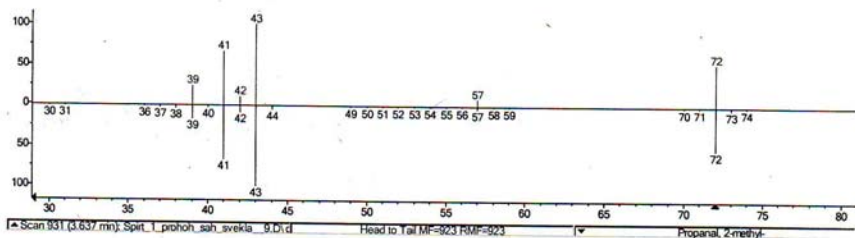
- 1. Cyclohexyl hexanoate
- 2. Cyclohexyl caproate

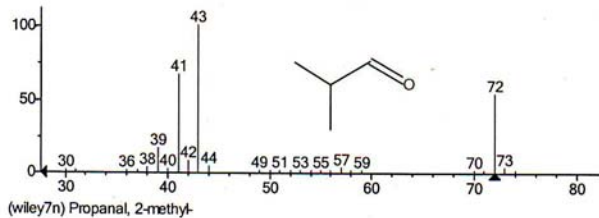
Образец № 9. Спирт ректификованный из сахарной браги, 1 проход. Буфер, ЦП, сахар. 96+ 07.06.16.



Компоненты, идентифицированные в образце № 9

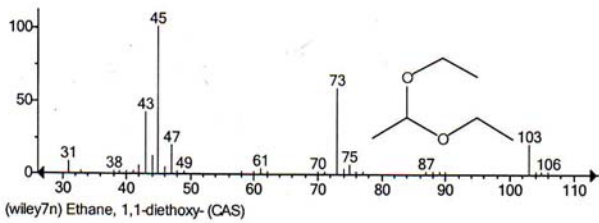
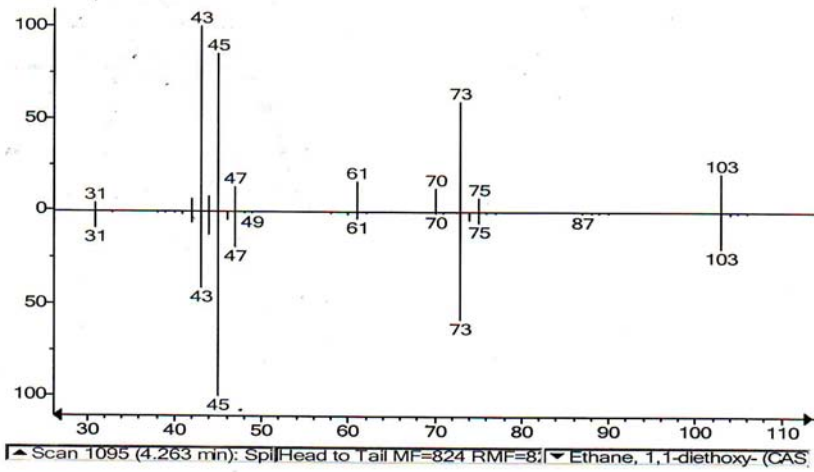
1. Изомасляный альдегид 2.5 мг/л





Name: Propanal, 2-methyl-
 Formula: C₄H₈O
 MW: 72 Exact Mass: 72.0575147 CAS#: 78-84-2 ID#: 1559 DB: wiley7n
 Other DBs: None
 Comment: QI=895, Source=NS-0-311-0
 10 largest peaks:
 43 999 | 41 661 | 72 529 | 27 394 | 29 231 |
 39 161 | 28 80 | 42 79 | 44 44 | 26 34 |
 Synonyms:
 1.Isobutyraldehyde

2. Этилацеталь 5.4 мг/л



Name: Ethane, 1,1-dioxy- (CAS)

Formula: C₆H₁₄O₂

MW: 118 Exact Mass: 118.0993795 CAS#: 105-57-7 ID#: 17859 DB: wiley7n

Other DBs: None

Comment: QI=900, Source=CM-1999-3262-0

10 largest peaks:

45 999 | 73 579 | 43 408 | 29 223 | 103 197 |
47 188 | 27 121 | 44 118 | 31 83 | 75 58 |

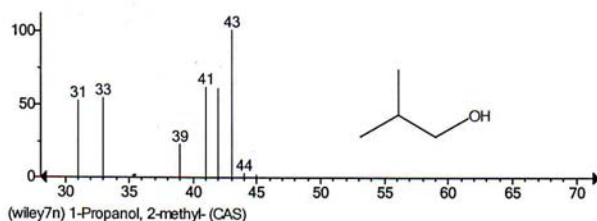
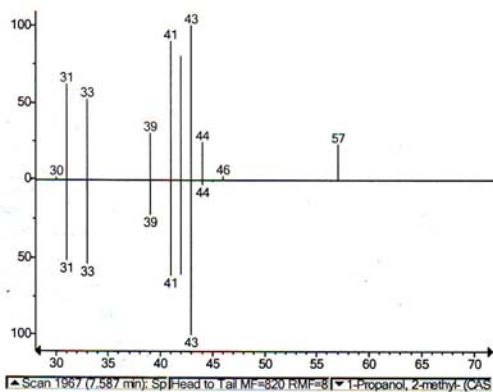
Synonyms:

1.1,1-Diethoxyethane

2.Acetal

3.Diethyl acetal

3. Изобутанол 1.2 мг/л



Name: 1-Propanol, 2-methyl- (CAS)

Formula: C₄H₁₀O

MW: 74 Exact Mass: 74.073165 CAS#: 78-83-1 ID#: 2113 DB: wiley7n

Other DBs: None

Comment: QI=497, Source=IC-15-0-0, WLN=Q1Y

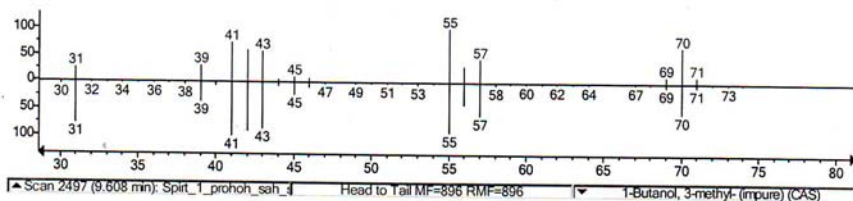
10 largest peaks:

43 999 | 41 609 | 42 599 | 33 530 | 31 510 |
27 370 | 39 220 | 29 200 | 74 113 | 44 23 |

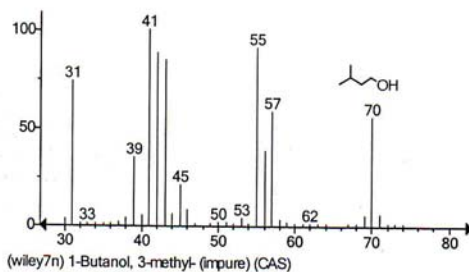
Synonyms:

1. Isobutyl alcohol

3. Изоамиловый спирт 1.8 мг/л



4. Циклогексилгексаноат, 5.5 мг/л



Name: 1-Butanol, 3-methyl- (impure) (CAS)

Formula: $C_5H_{12}O$

MW: 88 Exact Mass: 88.088815 CAS#: 123-51-3 ID#: 4894 DB: wiley7n

Other DBs: None

Comment: QI=900, Source=NW-216-0-0

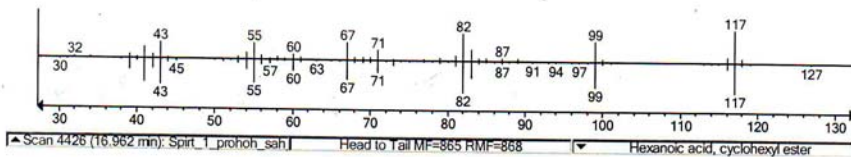
10 largest peaks:

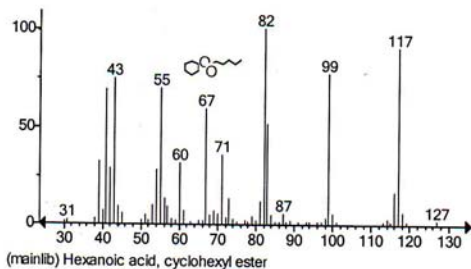
41 999	55 904	42 878	29 867	43 844
31 734	27 613	57 579	70 554	56 381

Synonyms:

1.3-Methyl-1-butanol

2. Isopentanol





Name: Hexanoic acid, cyclohexyl ester

Formula: C₁₂H₂₂O₂

MW: 198 Exact Mass: 198.16198 CAS#: 6243-10-3 NIST#: 279286 ID#: 47037 DB: mainlib

Other DBs: EINECS, IRDB

Contributor: V.G.Zaikin, TIPS RAS, Moscow, Russia

10 largest peaks:

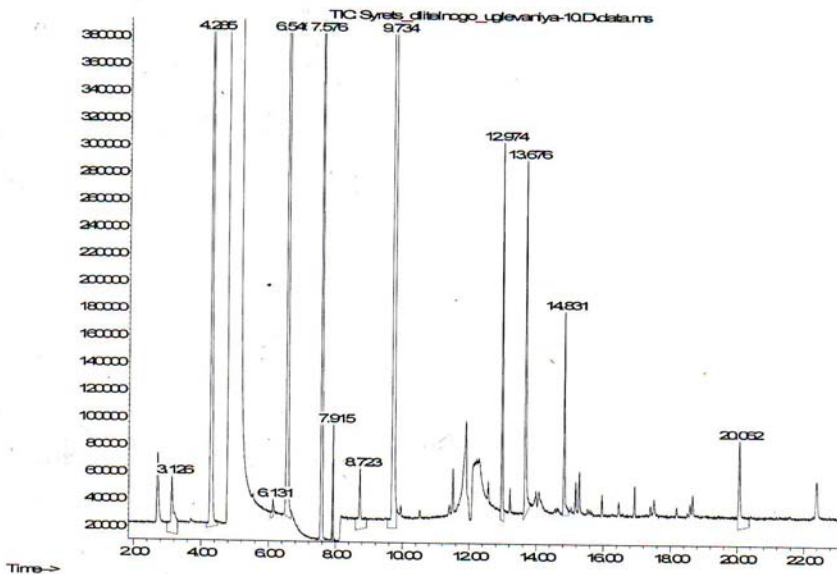
82 999	117 897	99 768	43 742	55 688
41 685	67 588	83 512	27 412	29 385

Synonyms:

1. Cyclohexyl hexanoate

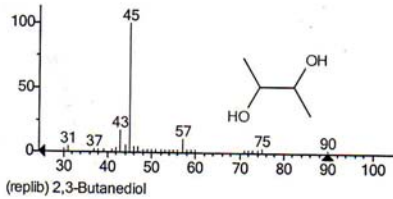
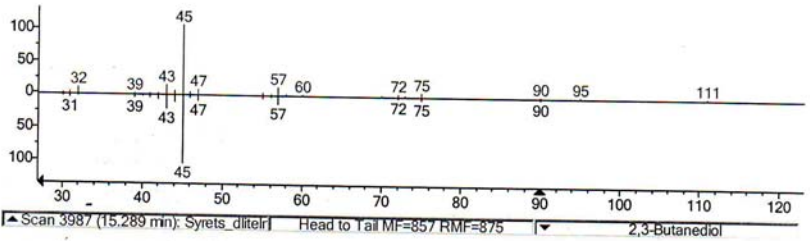
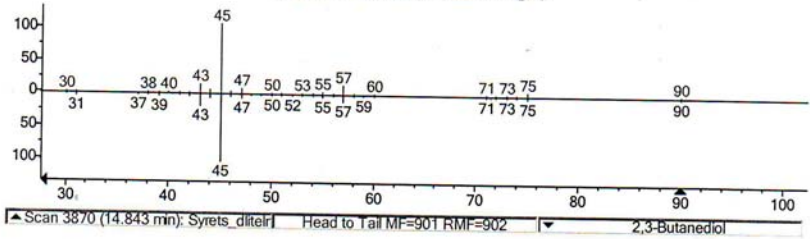
Образец № 10. Сырец длительного углевания после НБК. 60+. Сахар, НБК. 07.06.16.

Abundance



	Содержание, мг/л
Ацетальдегид	13.46
Этилформиат	N.D.
изобутаналь	N.D.
ацетон	0.54
метилацеталь	N.D.
этилацетат	266.99
этилацеталь	49.36
метанол	4.75
изопропанол	N.D.
Isovaleraldehyde	N.D.
1,1-Diethoxybutane	N.D.
Acetic acid, 2-methylp...	N.D.
2-Бутанол	N.D.
Пропанол-1	662.14
этилбутират	0.98
изобутанол	1138.20
изоамилацетат	N.D.
аллиловый спирт	0.02
1-бутанол	N.D.
метоксиэтанол	N.D.
3-Ethoxypropanal	0.03
изоамиловый спирт	1206.79
этилгексаноат	N.D.
этоксизэтанол	0.01
Butanoic acid, 3-methy...	N.D.
ацеталь	N.D.
этиллактат	0.62
цис-3-гексенол	N.D.
этилкаприлат	N.D.
уксусная к-та	13.67
2,3-Butanedion (isomer 1)	1.17
2,3-Butanedion (isomer 2)	0.82
1,2-пропиленглик.	0.03
фурфурол	N.D.
этилкапрат	N.D.
ISOAMYL CAPROATE	N.D.
Isovaleric acid	N.D.
диэтилсукцинат	N.D.
этиллаурат	N.D.
бензиловый спирт	N.D.
фенилэтанол	0.72
этилмиристат	N.D.
Диэтилфталат	N.D.
Триацетин	N.D.
Глицерин	N.D.
3-Этоксипропаналь	N.D.
Пирандион	0.04
Гексилацетат	N.D.

2,3-Бутандиол (два изомера)



Name: 2,3-Butanediol

Formula: C₄H₁₀O₂

MW: 90 Exact Mass: 90.0680795 CAS#: 513-85-9 NIST#: 151483 ID#: 3764 DB: replib

Other DBs: Fine, TSCA, RTECS, EINECS, IRDB

Contributor: Chemical Concepts

10 largest peaks:

45 999 | 43 167 | 27 160 | 29 146 | 57 95 |

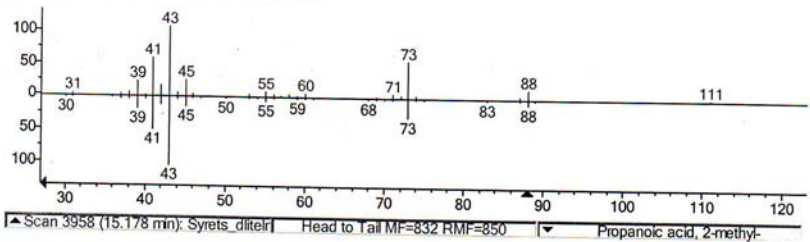
44 49 | 47 40 | 28 38 | 31 36 | 46 36 |

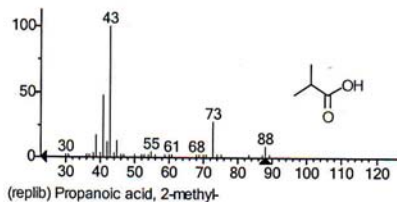
Synonyms:

1. Butane-2,3-diol

2. Dimethylethylene glycol

Изомаляная кислота 0.31 мг/л





Name: Propanoic acid, 2-methyl-

Formula: C₄H₈O₂

MW: 88 Exact Mass: 88.0524297 CAS#: 79-31-2 NIST#: 150834 ID#: 1692 DB: replib

Other DBs: Fine, TSCA, RTECS, EPA, HODOC, NIH, EINECS, IRDB

Contributor: Chemical Concepts

10 largest peaks:

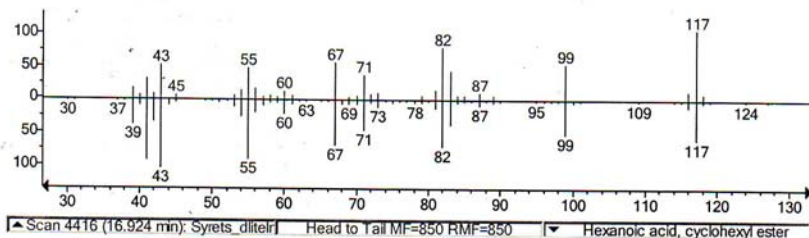
43 999 | 41 464 | 27 391 | 73 264 | 39 159 |

45 122 | 42 109 | 88 76 | 29 57 | 55 40 |

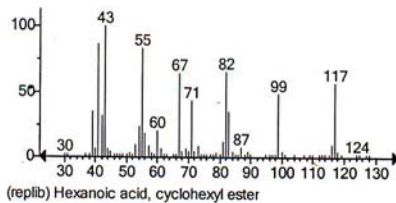
Synonyms:

1. isobutyric acid

Циклогексилгексаноат 6.3 мг/л.



Циклогексилгексаноат



Name: Hexanoic acid, cyclohexyl ester

Formula: C₁₂H₂₂O₂

MW: 198 Exact Mass: 198.16198 CAS#: 6243-10-3 NIST#: 160131 ID#: 1726 DB: replib

Other DBs: EINECS, IRDB

Contributor: Chemical Concepts

10 largest peaks:

43 999 | 41 857 | 55 826 | 82 650 | 67 639 |

117 559 | 29 514 | 99 476 | 27 447 | 71 430 |

Synonyms:

1. Cyclohexyl hexanoate

Результаты исследования

Образец № 8. Спирт. Сахар, НБК, углевание. Буфер +ТРК + ЦП. Крепость 96%., 0.5 л
В образце №8 присутствуют компоненты сивушного масла: изобутанол и изоамиловый спирт в концентрациях 2.8 и 3.4 мг/л, эфиры этилбутират и изобутилацетат, в концентрациях 3.8 и 2.9 мг/л, а также циклогексилгексаноат в концентрации 5.8 мг/л. Предположительно, источником циклогексилгексаноата может являться активированный уголь. Образец № 8 содержит 0.4 мг/л ацетона и 0.5 мг/л этилацетата. Метанол не обнаружен.

Образец № 9. Спирт ректификованный из сахарной браги, 1 проход. Буфер, ЦП, сахар. 96+. 07.06.16.

В образце №9 присутствуют компоненты сивушного масла: изобутанол и изоамиловый спирт в концентрациях 1.2 и 1.8 мг/л, изомасляный альдегид 2.5 мг/л, ацетон 0.4 мг/л, этилацеталь 5.4 мг/л, а также циклогексилгексаноат в концентрации 5.5 мг/л,

Наличие этилацетала в образце №8 позволяет предположить развитие нежелательных окислительных процессов. Про циклогексилгексаноат см. образец № 8.

Образец № 10. Сырец длительного углевания после НБК. 60+. Сахар, НБК. 07.06.16.

В целом, состав примесей соответствует составу дистиллированного самогона. Образец содержит органолептически негативную изомасляную кислоту 0.31 мг/л, циклогексилгексаноат и нехарактерные концентрации двух изомеров 2,3-бутиленгликолей (погрешность дистилляции). Про циклогексилгексаноат см. образец № 8.

В.н.с., д.х.н.



Савчук С.А.