

Результаты анализа образцов щепы

от 07.03.2017

Для проверки наличия ароматизаторов и посторонних летучих веществ в образцах древесины дуба измельченной (щепы) термообработанной проведен эксперимент.

Образцы щепы производства ***, Украина (№1) и ****, Франция (№2) навеской по 27 г заливали водно-спиртовым раствором ректификата крепостью 75,28% объемом 270 мл в стеклянных флаконах. Флаконы закрывали полиэтиленовой пленкой и выдерживали в течение 7 суток в термостате при температуре 40 °С.

После выдерживания оба раствора приобрели темно-коричневый цвет и аромат дуба, камеди. Растворы перегоняли, крепость отгонов измеряли. Крепость растворов незначительно упала из-за впитывания спирта в щепу и испарения в термостате.

По результатам газохроматографического анализа в исследуемых отгонах обнаружены летучие микропримеси спирта, характерные для взаимодействия древесины дуба со спиртом: ацетальдегид, метилацетат, этилацетат, уксусная кислота.

Для анализа на системе капиллярного электрофореза Капель-105М растворы разбавляли и анализировали на наличие ароматических альдегидов. В обоих образцах обнаружены одни и те же альдегиды, характерные для спиртов, выдержанных в контакте с древесиной дуба – синаповый, конифериловый, сиреневый, ванилин.

В специальной литературе для оценки качества коньячных спиртов предлагалось использовать коэффициент соотношения «сиреневый альдегид/ванилин» приблизительно равный 3 ± 1 . Это соотношение для образца №1 равно 3,06, для образца №2 – 3,62.

По результатам анализа методами газовой хроматографии и капиллярного электрофореза можно сделать вывод об отсутствии в обоих образцах ароматизаторов и летучих веществ, нехарактерных для коньячных дистиллятов и коньяков.

Приложения: Хроматограммы.

Наименование проб:

1. Спиртовый раствор (отгон), выдержанный со щепой №1 (Украина) креп. 74,31%.
2. Спиртовый раствор (отгон), выдержанный со щепой №2 (Франция) креп. 74,68%.

Отчет хроматограммы

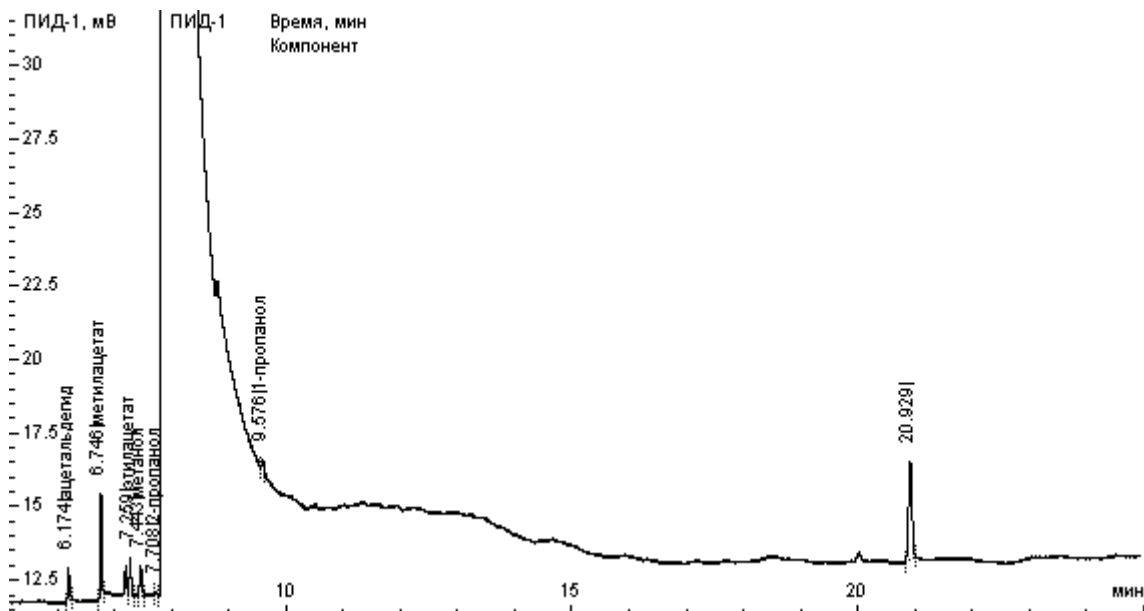
Паспорт хроматограммы

Проект:	СПИРТ_2008-05-14	Колонка:	HP INNOWax 60m*0.32mm*0.5mkm
Название метода:	ГСПС+РС	Проба:	Спиртовый раствор (отгон), выдержанный со щепой №1 (Украина) креп. 74,31%
Дата и время:	07.03.2017 15:19:57	Метод расчета:	Абсолютная градуировка
Анализ.Хроматограмма:	7202.1	Объем, мкл:	0.7431

Расчет по компонентам

Группа	Время, мин	Компонент	Площадь	Высота	Концентрация	Ед. концентрации	Детектор
альдегиды	6.174	ацетальдегид	2.620	1.133	13.45513	мг/дм3	ПИД-1
эфирь	6.746	метилацетат	6.380	3.512	33.87280	мг/дм3	ПИД-1
эфирь	7.259	этилацетат	2.637	1.238	10.44331	мг/дм3	ПИД-1
метанол	7.443	метанол	2.607	0.970	0.00154	об. %	ПИД-1
сивушные масла	7.708	2-пропанол	0.179	0.070	0.66116	мг/дм3	ПИД-1
сивушные масла	9.576	1-пропанол	0.681	0.342	2.02286	мг/дм3	ПИД-1
	20.929	Уксусная кислота	13.824	3.316			ПИД-1

Хроматограммы



Отчет хроматограммы

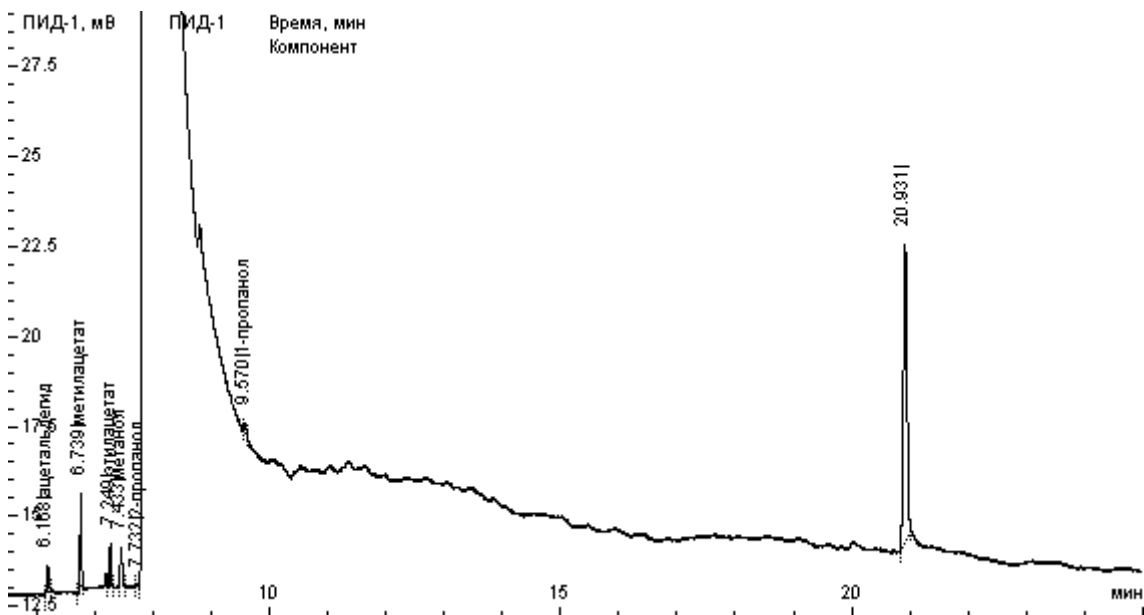
Паспорт хроматограммы

Проект: СПИРТ_2008-05-14 Колонка: HP INNOWax 60m*0.32mm*0.5mkm
Название метода: ГСПС+РС Проба: Спиртовый раствор (отгон), выдержанный со щепой №2 (Франция) креп. 74,68%
Дата и время: 07.03.2017 14:48:41 Метод расчета: Абсолютная градуировка
Анализ.Хроматограмма: 7201.1 Объем, мкл: 0.7468

Расчет по компонентам

Группа	Время, мин	Компонент	Площадь	Высота	Концентрация	Ед. концентрации	Детектор
альдегиды	6.168	ацетальдегид	1.684	0.783	8.60559	мг/дм3	ПИД-1
эфирь	6.739	метилацетат	4.659	2.659	24.61392	мг/дм3	ПИД-1
эфирь	7.249	этилацетат	2.338	1.167	9.21493	мг/дм3	ПИД-1
метанол	7.433	метанол	2.716	1.080	0.00160	об. %	ПИД-1
сивушные масла	7.732	2-пропанол	0.151	0.067	0.55729	мг/дм3	ПИД-1
сивушные масла	9.570	1-пропанол	0.591	0.295	1.74698	мг/дм3	ПИД-1
	20.931	Уксусная кислота	35.019	8.232			ПИД-1

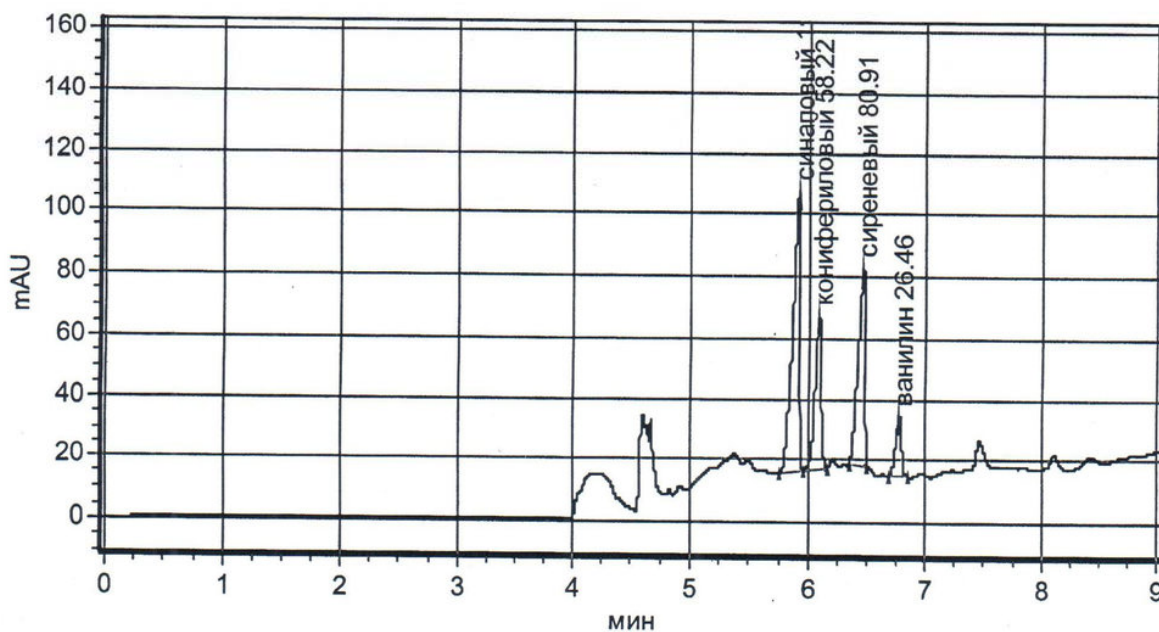
Хроматограммы



Прибор: Капель 105M № 1645
 Дата: 06.03.2017 15:06:42
 Оператор: bvz-lab-nk
 Файл ЭФГ: D:\Elforun\ЭФГ\Альдегиды\обр. 1 спирт на щепе
 Файл метода: D:\Elforun\Методы\альдегиды.mtk
 Температура: 20.0 °C
 Длина волны: 373
 Проба: проба
 Разбавление: 2.00
 Буферный раствор: электролит для анализа
 Метод расчета Абсолютная градуировка.

Программа:

1. Длина волны. W= 373 нм.
2. Промывка. Из 9 в 8, t= 183 сек, U= 0 кВ, P= 1000 мбар.
3. Ввод пробы. Из 1 в 10, t= 20 сек, U= 0 кВ, P= 30 мбар.
4. Анализ. Из 10 в 10.
 - 4.1. t= 539 сек, U= 25 кВ, P= 0 мбар, W= 373 нм.



N	Время	Компонент	Высота	Начало	Конец	Площадь	Конц., мг/л
1	5.922	синаповый	90.973	5.768	5.972	3963	194.4
2	6.095	кониферилловый	51.123	5.972	6.167	1957	58.22
3	6.468	сиреневый	64.197	6.350	6.510	2669	80.91
4	6.777	ванилин	19.681	6.695	6.843	701.0	26.46

Прибор: Капель 105M № 1645

Дата: 06.03.2017 15:35:30

Оператор: bvz-lab-nk

Файл ЭФГ: D:\Eiforun\ЭФГ\Альдегиды\обр. 2 спирт на щепе_170306_1535.mdf

Файл метода: D:\Eiforun\Методы\альдегиды.mtk

Температура: 20.0 °C

Длина волны: 373

Проба: проба

Разбавление: 2.00

Буферный раствор: электролит для анализа

Метод расчета Абсолютная градуировка.

Программа:

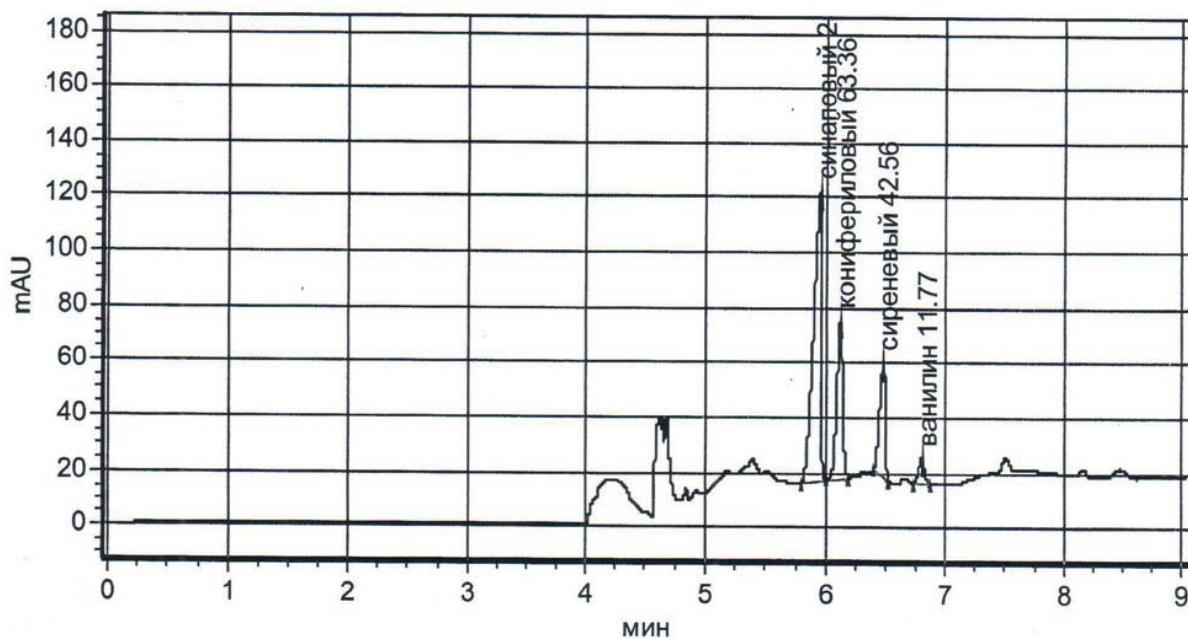
1. Длина волны. W= 373 нм.

2. Промывка. Из 9 в 8, t= 183 сек, U= 0 кВ, P= 1000 мбар.

3. Ввод пробы. Из 1 в 10, t= 20 сек, U= 0 кВ, P= 30 мбар.

4. Анализ. Из 10 в 10.

4.1. t= 539 сек, U= 25 кВ, P= 0 мбар, W= 373 нм.



N	Время	Компонент	Высота	Начало	Конец	Площадь	Конц., мг/л
1	5.958	синаповый	105.061	5.800	6.017	4839	237.3
2	6.127	кониферилловый	58.825	6.017	6.195	2129	63.36
3	6.482	сиреневый	41.755	6.398	6.528	1404	42.56
4	6.800	ванилин	9.162	6.732	6.867	311.7	11.77